

**Лабораторна робота №6**  
**Оцінка параметрів пористої структури та питомої поверхні нанорозмірних матеріалів за допомогою автоматичного газо-адсорбційного аналізатора NOVA 2200e**

**Мета роботи:**

ознайомлення з роботою установки для аналізу величини питомої поверхні і середнього розміру наночастинок методом низькотемпературної адсорбції азоту; отримання ізотерми сорбції пари азоту на поверхні активованого вуглецю для розрахунку питомої поверхні матеріалу за методом BET.

***Вуглецеві сорбенти***

Серед ентеросорбентів, дозволених для клінічного застосування, а також таких, які перебувають на стадії розроблення значну частину становлять препарати вуглецевої природи, що об'єктивно відображає їхню провідну роль як засобів сорбційної терапії. Їх можна умовно поділити на три групи: 1) препарати на основі активованого деревного або кісточкового вугілля у вигляді порошку; 2) сферичні вуглецеві сорбенти, які одержують карбонізацією синтетичних полімерів; 3) похідні волокнистого вуглецевого матеріалу, який здобувають шляхом карбонізації гідратцелюлозного волокна. Основною структурною особливістю вуглецевих ма-теріалів є наявність пор. Сумарний об'єм пор коливається від 0,4 до 1,3 см<sup>3</sup> /г, питома поверхня – від 700 до 3000 м<sup>2</sup>/г. Важливу роль під час сорбції відіграє співвідношення ефективних розмірів молекул сорбату і пор вугілля. З максимальною вибірковістю здійснюється поглинання низько- й середньомолекулярних речовин, які надійно фіксуються у мікро- та мезопорах, що становлять основну частину пористості активованого вугілля. Білки через невідповідність розмірів їхніх глобул діаметру пор вугільними сорбентами практично не сорбуються. Варіюванням пористості, що досягається ви-бором типу сировини й умовами синтезу, можна керувати селективністю активованого вугілля. Адсорбційна здатність поруватих вугільних сорбентів медичного призначення залежить від: 1) співвідношення розмірів пор адсорбенту і молекул адсорбату; 2) кількості адсорбційних пор на одиницю маси сорбенту; 3) полярності або заряду адсорбенту; 4) наявності різних типів зв'язків між молекулами адсорбату і розчинника; 5) наявності хімічного зв'язку між молекулами сорбату і поверхнею адсорбенту. Адсорбція речовин на активованому вугіллі – процес оборотний. Якщо гранули вугілля з адсорбованою речовино-ною помістити в дистильовану воду, то речовина почне поступово десорбуватися до встановлення нової сорбцій-ної рівноваги. За умови повністю оборотного процесу криві ізотерм адсорбції і десорбції мають співпадати. Існує загальне правило: активоване неокиснене вугілля має гідрофобну поверхню, тому йому притаманна низька спорідненість до молекул води. Активоване вугілля здатне видаляти з водних розчи-нів різні БАР з молекулярною масою від кількох десятків до кількох тисяч а.о.м.. Серед них: азотисті шлаки (креатинін, креатин, сечова кислота, фенол, індол, скатол, індикан, гуанідинові основи, поліаміни, меркаптани тощо); нейромедіатори (діамін, норадреналін, серотонін, ацетил-холін); амінокислоти, особливо ароматичні; поліпептиди середньої маси, включаючи гормони; тригліцериди, жирні кислоти, цукри і продукти їхнього метаболізму, органічні кислоти і кетокислоти, компоненти жовчі, стероїдні гормони тощо. Порівняно слабо адсорбуються сечовина, низькомолекулярні спирти, катіони лужних металів, аніо-ни мінеральних кислот.

Екзогенні отрути і лікарські препарати, що інтенсивно поглинаються вугіллям: солі важких металів, алкалоїди, опіати, гіпнотики, антидепресанти, анальгетики, антипіретики, антибіотики, алкілуючі препарати і антималярії, хлоралкани, фосфорорганічні інсектициди, гербіциди, дефоліанти. Виходячи з наведеного переліку речовин, можна дійти висновку, що вугілля є адсорбентом неспецифічним. Досягти певної групової специфічності, наприклад щодо адсорбції важких металів, можливо шляхом підбору відповідної пористої структури та хімії поверхні. Виконуючи це завдання, необхідно враховувати особливості хімічної поведінки важких металів, а саме здатність до гідролізу, комплексоутворення, обмінних процесів. Окрім формування заданої пористої структури, для надання селективності зв'язування токсичних металів використовують такі прийоми, як введення до вуглецевої матриці азоту, сірки, інших гетероатомів, посилення іонообмінних і відновлювальних властивостей вугілля, прищеплення до поверхні комплексоутворювачів, створення композитів з активованого вугілля і мінеральних сорбентів. Модифіковані і композиційні сорбенти на основі активованого вугілля демонструють ефективність при лікуванні хворих із хронічною інтоксикацією кадмієм, ртуттю та свинцем. Під час застосування вугілля існує потенційна загроза дефіциту деяких гормонів, медіаторів і поживних речовин. З іншого боку, за вмістом глюкози, пресорних гормонів, амінокислот і деяких вітамінів пильнують потужні механізми біохімічного гомеостазу, тому їхній дефіцит легко компенсується організмом. Стосовно отрут таких компенсаторних механізмів немає, отже, сорбційна терапія дає змогу ефективно знижувати їхній рівень в організмі.

### **Теоретичні основи сорбційного методу дослідження пористої структури і питомої поверхні наноматеріалів**

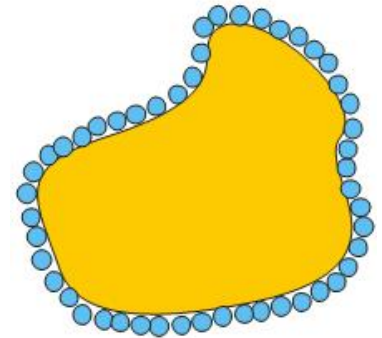
#### **Основні визначення**

- *Адсорбція (сорбція)* – явище зміни концентрації компонента поблизу міжфазної межі розділу.
- *Адсорбент (сорбент)* – тверда фаза, на межі якої з навколишнім середовищем відбувається адсорбція.
- *Адсорбат (сорбат)* – газоподібне або рідке речовина, яка сорбується на межі адсорбенту.
- *Фізична адсорбція* – адсорбція за рахунок короткодіючих неспецифічних ван-дер-ваальсових сил.
- *Хімічна адсорбція (хемосорбція)* – сорбція за рахунок специфічних хімічних взаємодій з утворенням стійких поверхневих з'єднань.
- *Ізотерма адсорбції (сорбції)* – залежність сорбованої кількості від тиску газу (пари) при постійній температурі. Форма ізотерми сорбції характеризує морфологію і фізико-хімічні властивості поверхні сорбенту і характер його взаємодії з сорбатом.
- *Одиниці кількості адсорбованої речовини* – моль/г адсорбенту. При сорбції газів часто кількість адсорбованої речовини виражають в см<sup>3</sup> газу при н.у. / 1 г адсорбенту
- *Відносний тиск пари* – відношення тиску пари до тиску насиченої пари при тій же температурі

- *Питома поверхня* – це загальна площа поверхні розділу між твердою і газоподібною фазами в наноматеріалі, що припадає на 1 г твердої фази. Питома поверхня утворюється зовнішньою поверхнею всіх частинок наноматеріалу і внутрішньою поверхнею відкритих пор.
- *Одиниці виміру питомої поверхні* –  $\text{м}^2/\text{г}$ .
- Збільшення величини питомої поверхні – ріст дисперсності матеріалу.

### Принципи вимірювання питомої поверхні об'ємним сорбційним методом

Якщо тверду порошкоподібну або пористу речовину помістити в замкнутий простір, заповнений газом або паром при певному тиску, вона починає адсорбувати газ і його маса зростає, а тиск газу зменшується. Через деякий час тиск стає постійним і маса речовини перестає збільшуватися. Якщо відомі об'єм посудини і твердої порошкоподібної або пористої речовини, то ґрунтуючись на законах ідеальних газів, за зниження тиску в замкнутому об'ємі посудини можна розрахувати кількість адсорбованого газу. Найбільш широко для мети вивчення питомої поверхні і пористої структури наноматеріалів в даний час використовується адсорбція азоту при температурі його кипіння 77 К.



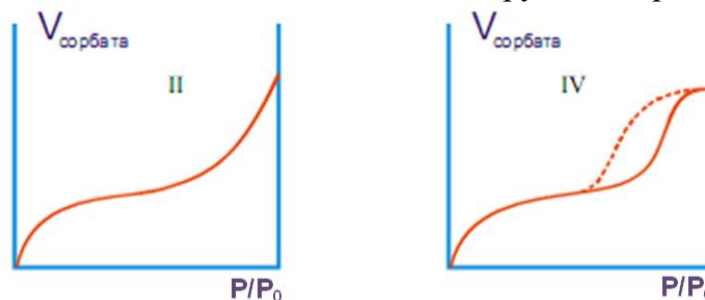
Питома поверхня  $S_{\text{пит}}$  обчислюється з ємності моношару для даного матеріалу. *Ємність моношару* – кількість адсорбату, яка може розміститися в повністю заповненому адсорбційному шарі товщиною в 1 молекулу – моношарі – на поверхні одиниці маси (1 г) твердого тіла.

З ємності моношару  $W_m$ , вираженої в молях адсорбату в розрахунку на грам адсорбенту, питома поверхня як поверхня 1 г твердого тіла  $S_{\text{пит}}$  обчислюється за рівнянням

$$S_{\text{пит}} = a_m \cdot \omega \cdot N_A,$$

де  $\omega$  - середня площа ( $\text{м}^2$ ), яку займає молекула адсорбату в заповненому моношарі,  $N_A$  - число Авогадро.

Ізотерми адсорбції II і IV типу, отримані для даного газу на певному зразку твердого тіла, дозволяють визначити ємність моношару цього зразка.

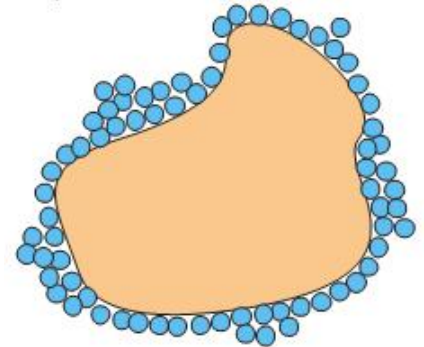


Можливість отримання величини ємності моношару з ізотерми адсорбції дає теорія полімолекулярної адсорбції Брунауера, Еммета, Теллера Brunauer-Emmett-Teller (ВЕТ)). Найбільш поширене вимірювання питомої поверхні по методу ВЕТ на підставі низькотемпературної сорбції парів азоту. Площа молекули азоту в адсорбційному шарі складає  $\omega = 0,162 \text{ нм}^2$ . В цьому випадку рівняння ВЕТ добре описує експериментальні ізотерми до відносного тиску парів азоту  $p/p_0 = 0,35$ .

### Основні положення теорії ВЕТ

- У більшості випадків мономолекулярний адсорбційний шар не компенсує повністю надлишкову поверхневу енергію, і вплив поверхневих сил може поширюватися на другий, третій і наступні адсорбційні шари. Ця можливість реалізується, коли гази і пара адсорбуються при температурах нижче критичної. У цьому випадку утворюються полімолекулярні шари речовини на поверхні адсорбенту.

- Полімолекулярний шар на поверхні сорбенту складається з «послідовних комплексів» адсорбційних центрів з однією, двома, трьома і т. д. молекулами адсорбату. В цьому випадку процес адсорбції можна представити у вигляді послідовних квазіхімічних реакцій:  $S+A=SA$ ;  $SA+A=SA_2$ ;  $SA_2+A=SA_3$  і т.д. Константи рівноваги цих реакцій відповідно рівні  $K_p = \frac{[SA]}{a_0 P}$ ,  $K_1 = \frac{[SA_2]}{[SA]P}$ ,  $K_2 = \frac{[SA_3]}{[SA_2]P}$ , де  $a_0$  – концентрація вільних адсорбційних центрів.



- Припускається, що у всіх шарах, крім першого, молекули адсорбату взаємодіють між собою також, як і при конденсації. Тому:

$$K_1 = K_2 = \dots = K_L = \frac{a_p}{a_n} = \frac{1}{P_0},$$

де  $K_1$  – константа конденсації пари, що дорівнює відношенню активності речовини в рідкому стані  $a_p$  і в стані насиченої пари  $a_n$ , прийнято  $a_{ж} = 1$  (стандартний стан), а  $a_n = P_0$ . Сумарна величина адсорбції ( $A$ ) компонента  $A$  складається з загального числа комплексів з участю молекул сорбату. З урахуванням того, що в комплексах бере участь різне число молекул компонента вона дорівнює:

$$A=[SA]+2[SA_2]+3[SA_3]+\dots$$

- При підсумовуванні виходить наступне рівняння:

$$W = \frac{W_m C \cdot P / P_0}{(1 - P / P_0) [1 + (C - 1) P / P_0]},$$

де використовується позначення  $C = K_p / P_0$  ( $K_p$  – константа зв'язку в першому адсорбційному шарі).

- При обробці експериментальних результатів рівняння ВЕТ зазвичай

використовують у лінійній формі:  $\frac{P/P_0}{W(1-P/P_0)} = \frac{1}{W_m C} + \frac{C-1}{W_m C} (P/P_0)$ .

### Зв'язок питомої поверхні і середнього розміру частинок

- Питома поверхня твердого тіла даної маси оберненопропорційна розміру складових його частинок. У разі частинок сферичної форми і однакового діаметру  $d$ , питома поверхня  $S_{\text{пит}}$ , дозволяє розрахувати цей діаметр по формулі ( $\rho$  - густина твердого тіла в  $\text{г/см}^3$ ):  $d = \frac{6}{S_{\text{пит}} \rho}$ .

- Для реальних порошків, які складаються з частинок різних розмірів і неправильної форми, це співвідношення дає можливість оцінити середнє значення діаметра частинок. Наприклад, якщо  $S_{\text{пит}} = 20 \text{ м}^2/\text{г}$ ,  $\rho = 3 \text{ г/см}^3$ , то середній розмір становить  $d = 100 \text{ нм}$ .

- Для частинок кубічної форми справедлива ця формула, де  $d$  – ребро куба.

## Опис роботи

Питома поверхня є однією із величин, що характеризує сили взаємодії твердого тіла з навколишнім середовищем (газом, рідиною або інше твердим тілом). Такі характеристики матеріалів, як каталітична активність, електростатичні властивості порошків, світлорозсіювання, здатність до агломерації, властивості випалу та глазурування, здатність утримувати вологу, термін зберігання і безліч інших властивостей пов'язані зі значенням питомої поверхні. Тому визначення питомої поверхні є одним з найпоширеніших методів дослідження показників дисперсності наноматеріалів. Питому поверхню виражають відношенням загальної поверхні пористого або диспергованого тіла до його маси або, дещо рідше, одиниці об'єму.

### Розрахунок питомої поверхні $S_{num}$

Для розрахунку  $S_{num}$  використовується рівняння, що пов'язує цю величину з кількістю молей сорбату, що заповнює мономолекулярний адсорбційний шар  $a_m$  з площею, яку займає молекула сорбату в адсорбційному шарі  $\omega$ , і числом Авогадро  $N_A$ .

$$S_{num} = a_m \cdot \omega \cdot N_A. \quad (1)$$

Величину  $a_m$  визначають за допомогою рівняння ізотерми сорбції, отриманого Брунауером, Емметом і Теллером (рівняння ВЕТ),

$$a = \frac{a_m \cdot C \cdot P / P_0}{(1 - P / P_0) \cdot [1 + (C - 1) \cdot P / P_0]}, \quad (2)$$

де  $a$  – рівноважна кількість молей сорбованої речовини 1 грамом сорбенту,  $P/P_0$  – відносний тиск пари,  $C$  – константа ВЕТ, що відноситься до енергії адсорбції у першому адсорбованому шарі  $i$ , отже, її значення є показником магнітуди взаємодії адсорбент / адсорбат.

Для розрахунку величини  $a_m$  рівняння ВЕТ перетворюють і використовують в лінійному вигляді:

$$\frac{P / P_0}{a(1 - P / P_0)} = \frac{1}{a_m \cdot C} + \frac{C - 1}{a_m \cdot C} \cdot (P / P_0) \quad (3)$$

оскільки в координатах

$$\frac{P / P_0}{a(1 - P / P_0)} = f(P / P_0) \quad (4)$$

це рівняння є рівнянням прямої (рис. 1.1).

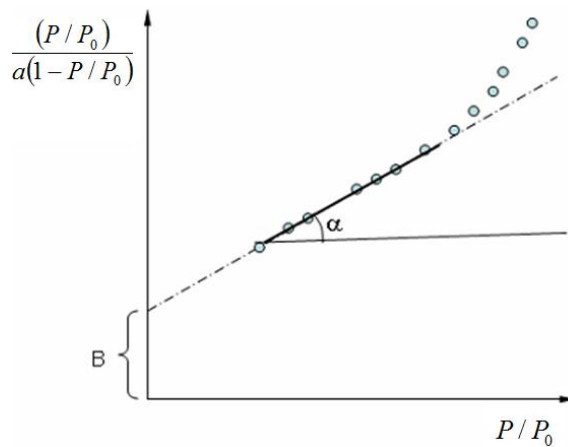


Рис. 1.1. Ізотерма сорбції в координатах рівняння ВЕТ.

Прямолінійна залежність дотримується в області  $P/P_0$  від 0 до 0,4. Згідно р-ня (3) тангенс кута нахилу прямої (рис. 1.1)

$$s = \frac{C-1}{a_m \cdot C},$$

а відрізок, який відсікається на осі ординат,

$$i = \frac{1}{a_m \cdot C}.$$

Розв'язавши два рівняння з двома невідомими, отримуємо відношення для шуканої величини  $a_m$

$$a_m = \frac{1}{s+i}. \quad (5)$$

Площу, яку займає одна молекула сорбату в адсорбційному шарі  $\omega$ , розраховують за рівнянням, виведеним у припущенні, що молекули мають форму кулі і найбільш компакту упаковку в адсорбційному шарі

$$\omega = 4 \cdot 0.866 \left( \frac{M}{4\sqrt{2} \cdot \rho \cdot N_A} \right), \quad (5)$$

де  $M$  - молекулярна маса сорбату,  $\rho$  - густина сорбату.

Рівняння (2) виведено для сорбентів, в порах яких процес сорбції супроводжується явищем капілярної конденсації. Для таких сорбентів ізотерма сорбції має типовий S-подібний вигляд з сорбційним гістерезисом. Однак це рівняння формально застосовують і для розрахунку величин  $S_{num}$  непористих адсорбентів.

Для застосування рівняння (3) необхідний лінійний графік залежності  $1/[W(P_0/P)-1]$  від  $P/P_0$ , який для більшості твердих речовин обмежений невеликою ділянкою ізотерми адсорбції, зазвичай для відношення  $P/P_0$  в межах від 0,05 до 0,35. В мікропористих матеріалах лінійна ділянка спостерігається при відносно низьких значеннях тиску. Типовий графік ізотерми адсорбції ВЕТ зображений на рис. 1.2.

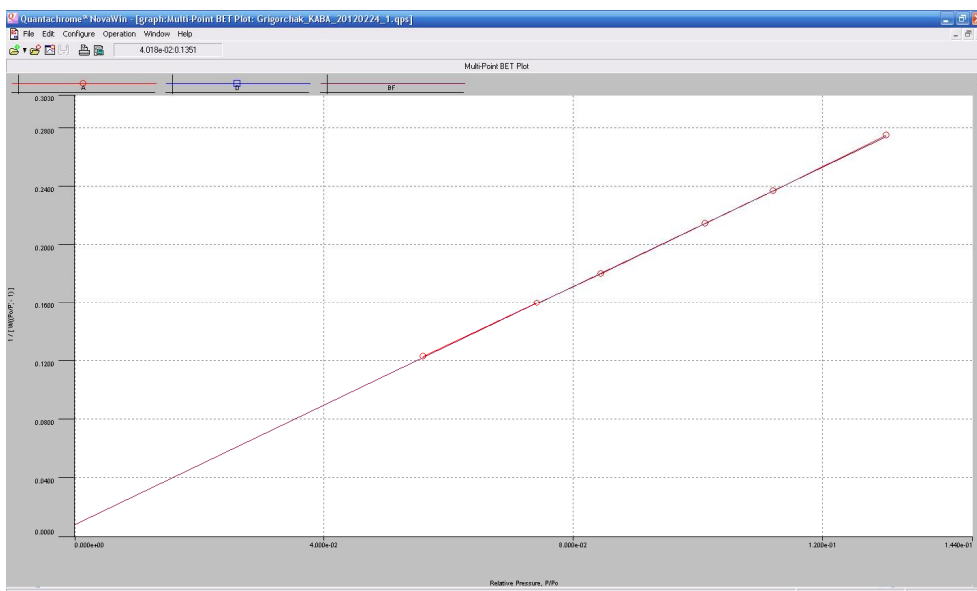


Рис. 1.2. Типова залежність  $1/[W(P_0/P)-1]$  від  $P/P_0$

Стандартна процедура використання методу BET вимагає не менше трьох точок у відповідному діапазоні тисків.

Азот – найбільш поширений газ, який використовується для визначення площі поверхні, оскільки він показує проміжні значення для константи  $C$  (50-250) для більшості твердих поверхонь, запобігаючи локальній адсорбції. Оскільки було показано, що константа  $C$  впливає на величину площі поперечного перерізу адсорбата, доступний діапазон значень константи для азоту дозволяє зробити розрахунок площі поперечного перерізу виходячи з властивостей рідкого азоту. Для гексагонального щільного моношару азоту при 77 К площа поперечного перерізу  $A_{cs}$  для азоту становить  $16,2 \text{ \AA}^2$ .

Для практичної реалізації даної методики найбільш широко використовуються сорбційні волюметричні (вимірювання об'єму) аналізатори, засновані на методі низькотемпературної адсорбції азоту. Суть методу полягає в аналізі сорбції газу твердим тілом при постійній температурі і поступове підвищення тиску. Зразок досліджуваної речовини попередньо очищається шляхом нагрівання в умовах вакууму або шляхом продувки в динамічній газовій атмосфері. Після очищення у комірку з зразком подається невелика кількість газу-адсорбата, молекули якого конденсуються на поверхні зразка, поступово утворюючи моношар. За кількістю газу, який пішов на утворення моношару, знаючи поперечний переріз його молекул і масу зразка, можна судити про величину питомої поверхні цього матеріалу.

Результатом аналізу є графік ізотерм сорбції. Для розрахунку питомої поверхні, використовується теорія BET.

Знаючи питому поверхню досліджуваного нанопорошку, можна розрахувати середній діаметр наночастинок, виходячи з припущення про те, що наночастинки мають сферичну форму. Розрахунок здійснюється за формулою:

$$d = \frac{6}{S_{\text{пит}} \cdot \rho},$$

де  $d$  – середній розмір часток;  $\rho$  – густина зразка;  $S_{\text{пит}}$  – величина питомої поверхні.

Загальний вид аналізатора питомої поверхні за методом низькотемпературної адсорбції азоту NOVA 2200e, представлений на рис. 1.3:

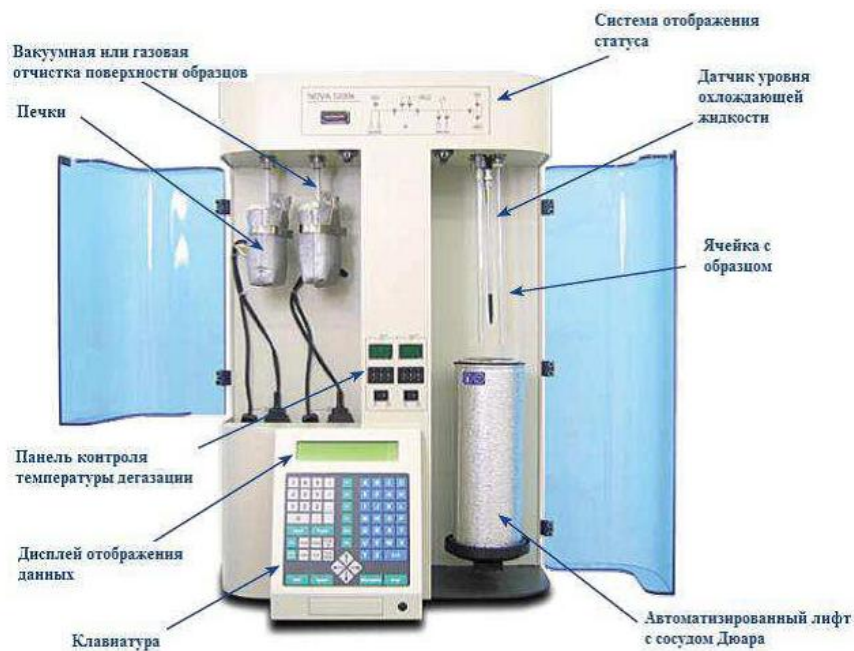


Рис. 1.3. Зовнішній вигляд установки анализатора питомої поверхні NOVA 2200e  
**Методика проведення експерименту.**

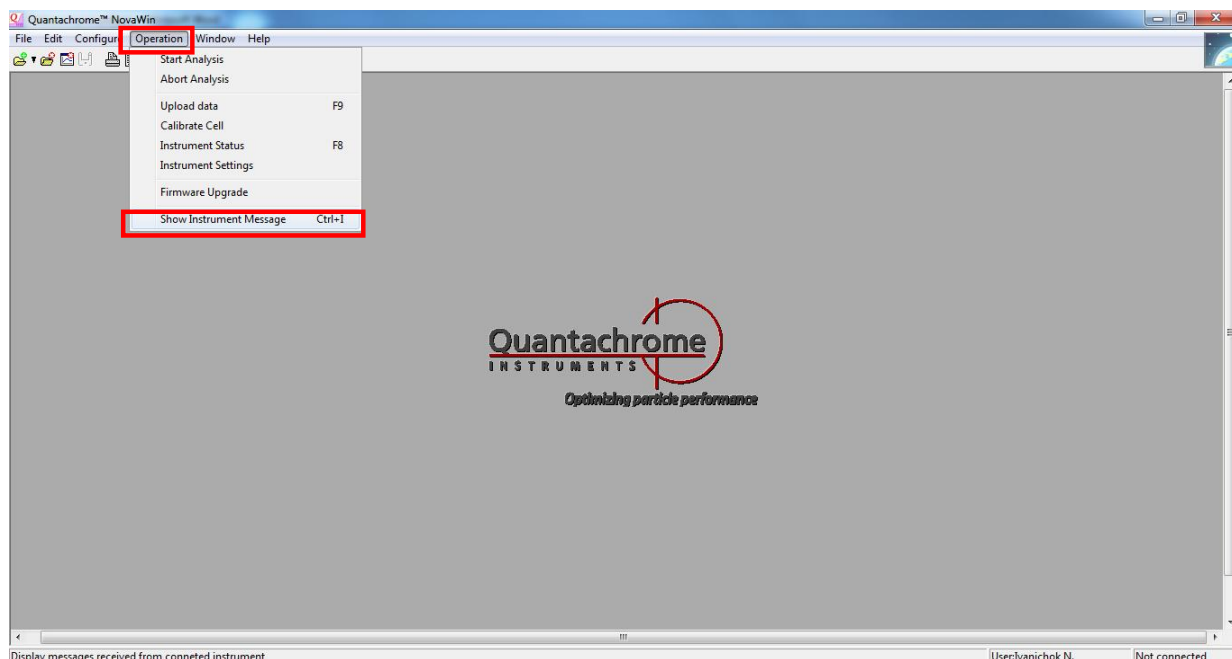
Перед початком експерименту потрібно визначити масу зразка з точністю до  $10^{-3}$  г з використанням аналітичних терезів.

1. Виберіть пункт меню «Quantachrome NovaWin» для запуску програми експерименту.



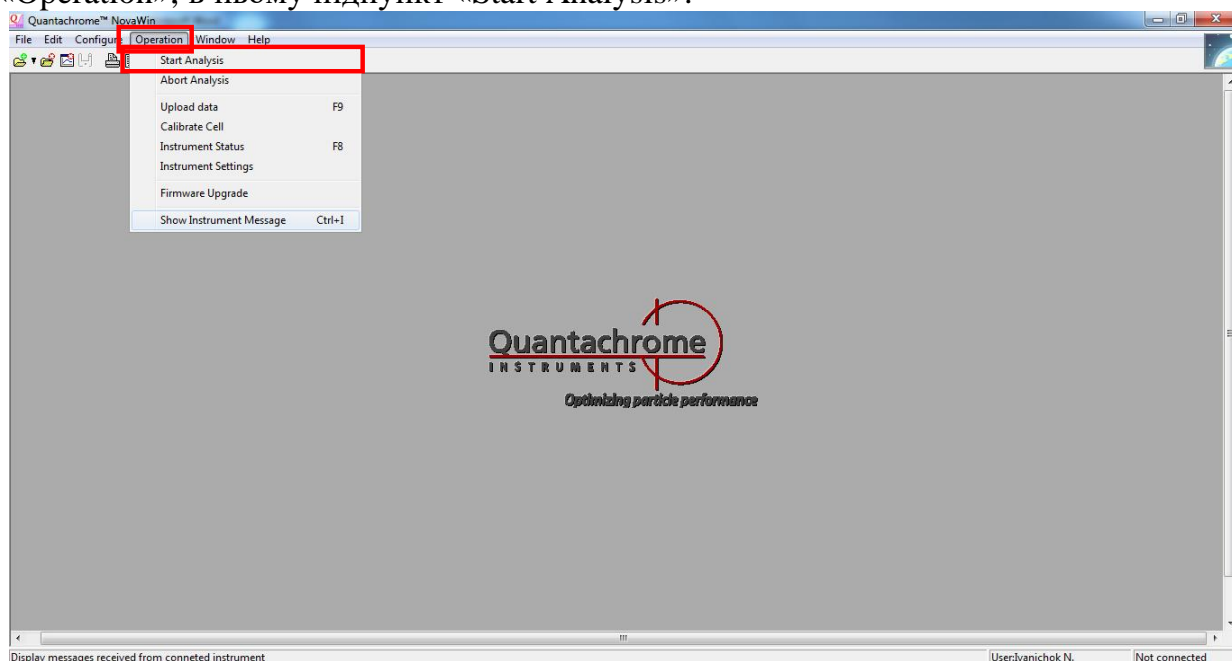
2. Для початку роботи з приладом, зверху на панелі виберіть пункт меню «Operation», в ньому виберете підпункт «Show Instrument Message».





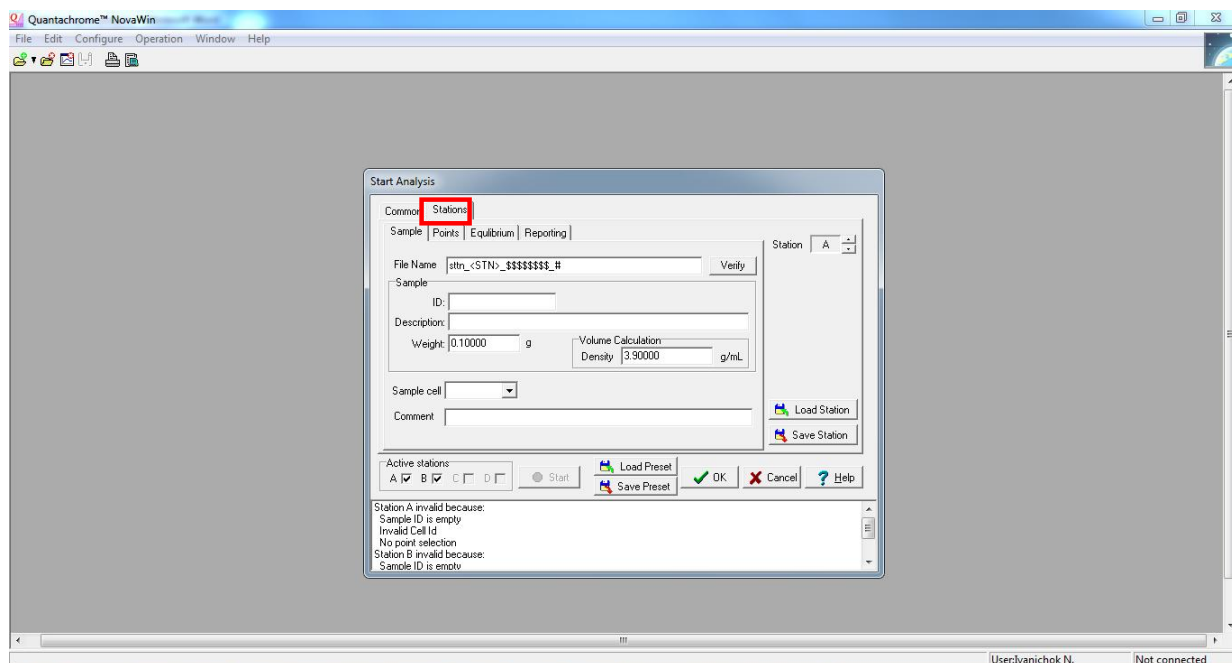
Відкриється вікно повідомлень приладу, в якому йдеться про те, що проходить процес дегазації (вакуумної відкачки) комірки із зразком. Інша комірка знаходиться на станції для вимірювання.

3. Для початку експерименту, після дегазації зразка, слід вибрати пункт меню «Operation», в ньому підпункт «Start Analysis».



4. Відкриється вікно «Start Analysis», в якому налаштовуються параметри експерименту.

Для налаштування приладу необхідно перейти у вкладку «Stations».



4.1. Виберіть поле «File Name» (ім'я файлу). Введіть бажане ім'я латиницею. Після цього підтвердіть її клавішею Enter на клавіатурі.

4.2. В полі «ID» вписати ідентифікатор зразка (наприклад, 1). Введення підтвердити натисканням клавіші Enter на клавіатурі.

4.3. Перед початком експерименту, зразок був зважений на аналітичних вагах (наприклад, в даному випадку маса складала 0,10000 г). Слід ввести масу зразка в полі «Weight».

4.4. Введіть номер пробірки для вимірювання в полі «Sample cell».

4.5. Коли всі необхідні параметри задані, запустіть експеримент, натиснувши кнопку «Start».

Появиться діалогове вікно, в якому говориться: в станції дегазації йде відкачування, чи хочете ви продовжити виконання експерименту? Натисніть «Так».

Програма повідомить про те, що готова почати експеримент, але попередньо необхідно переконається що:

- комірка встановлена в активну станцію (A або B, або A і B одночасно);
- балон з газом-адсорбатом відкритий та підключений.

Для продовження необхідно натиснути «Так».

10. За результатами експерименту на екран виводиться графік, на основі якого програма розраховує питому поверхню нанопорошків (рис. 1.1).

### Завдання

1. За даними, які наведені в таблиці 1, побудуйте ізотерму сорбції для активованого вуглецю. За виглядом ізотерми визначте тип сорбенту.

**Таблиця 1**

№	Relative Pressure P/P <sub>0</sub>	Volume @ STP, см <sup>3</sup> /г	№	Relative Pressure P/P <sub>0</sub>	Volume @ STP, см <sup>3</sup> /г
1	0,00245	266,0309	30	0,82055	526,2495
2	0,01648	329,9225	31	0,86056	528,8342
3	0,02808	351,2211	32	0,91299	534,7681
4	0,04363	371,6768	33	0,94485	540,5747

5	0,0559	384,896	34	0,98866	557,6129
6	0,07419	401,2248	35	0,94987	546,0667
7	0,08451	409,4614	36	0,91368	539,411
8	0,10114	419,5319	37	0,86965	534,8021
9	0,11212	425,896	38	0,82877	531,6025
10	0,13025	435,6281	39	0,788	529,022
11	0,14131	440,8448	40	0,74059	526,2332
12	0,15524	447,2887	41	0,71167	524,7417
13	0,16788	452,5578	42	0,66293	522,2657
14	0,18191	458,0553	43	0,62222	520,6977
15	0,19512	463,7208	44	0,57867	518,5222
16	0,23954	478,518	45	0,5403	516,6921
17	0,28299	487,9825	46	0,49993	514,8104
18	0,3212	493,9107	47	0,46511	510,5545
19	0,36704	499,0837	48	0,42609	506,4626
20	0,40597	502,5686	49	0,38543	502,7614
21	0,4454	505,4549	50	0,34477	498,4055
22	0,48686	508,0162	51	0,30559	493,4892
23	0,53056	510,0396	52	0,26432	486,1107
24	0,57421	512,5479	53	0,22283	476,1549
25	0,61856	514,3738	54	0,18045	462,7757
26	0,65964	516,6058	55	0,14377	447,4282
27	0,69991	518,6791	56	0,10462	426,0085
28	0,73875	520,83	57	0,05955	390,3145
29	0,7801	523,0986	58	0,02196	342,3044

2. З таблиці, що містить експериментально отриману ізотерму адсорбції вибираємо множину пар значень ( відносний тиск  $P/P_0$ ; об'єм адсорбовано речовини) для діапазону відносних тисків  $0,05 P/P_0 : 0,15 P/P_0$ (приблизно). Вносимо отриманий масив в Excel.

Relative Pressure $P/P_0$	Volume @ STP, $\text{cm}^3/\text{г}$
0,055903	384,8960
0,074194	401,2248
0,084514	409,4614
0,101144	419,5319
0,112124	425,8960
0,130248	435,6281

Значення об'єму адсорбовано речовини розраховано в  $\text{cm}^3$  на грам адсорбенту, його необхідно перевести в моль/г (молів адсорбату (азоту) на грам адсорбенту (речовини, площу поверхні якої ми вимірюємо) ). Для цього масив значень об'ємів адсорбованої речовини ділимо на молярний об'єм газів ( $22,4 \cdot 10^3 \text{ cm}^3/\text{моль}$ ):

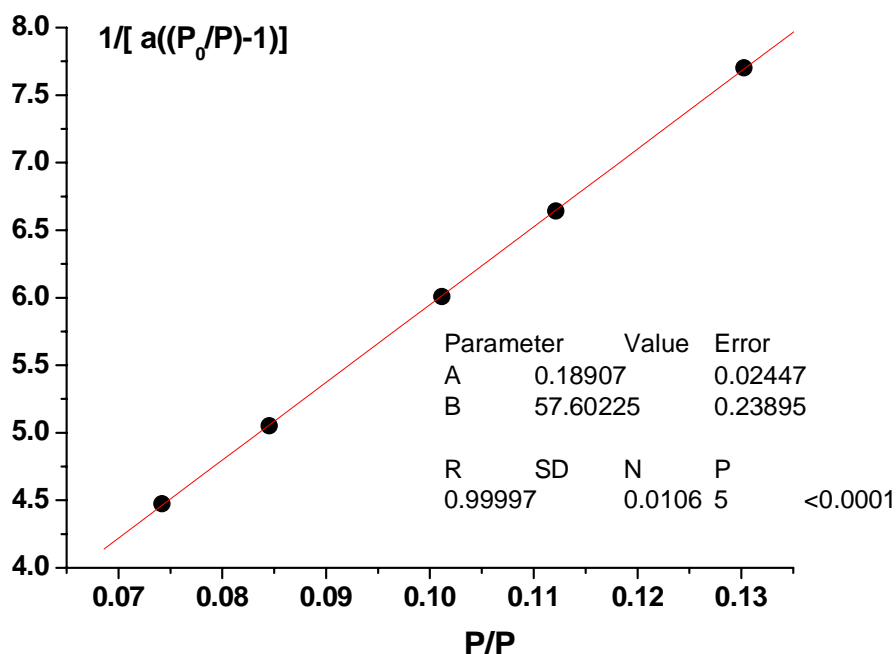
В результаті ми отримуємо масив значень  $a$  – рівноважної кількості молей сорбованої речовини 1 грамом сорбенту

Relative Pressure $P/P_0$	Volume @ STP, $\text{cm}^3/\text{г}$	$a$ , моль/г
0,055903	384,8960	0.0179
0,074194	401,2248	0.0183
0,084514	409,4614	0.0187
0,101144	419,5319	0.0190
0,112124	425,8960	0.0194
0,130248	435,6281	0.0179

Використовуючи отримані дані розраховуємо величину  $1/[a((P_0/P) - 1)]$ :

Relative Pressure $P/P_0$	Volume @ STP, $\text{cm}^3/\text{г}$	$a$ , моль/г	$1/[a((P_0/P)-1)]$
0,055903	384,8960	0.0179	3.446
0,074194	401,2248	0.0183	4.474
0,084514	409,4614	0.0187	5.050
0,101144	419,5319	0.0190	6.008
0,112124	425,8960	0.0194	6.642
0,130248	435,6281	0.0179	7.700

Будуємо ізотеру адсорбції в координатах  $(P/P_0 ; 1/[a((P_0/P)-1)])$  використовуючи пакет Origin 8.5 та використовуючи регресійний аналіз, апроксимуємо отриману залежність лінійною функцією.



Отримуємо значення параметрів А (вільний член) та В (кутовий коефіцієнт нахилу), які відповідають значенням  $i = \frac{1}{a_m \cdot C}$  та  $s = \frac{C-1}{a_m \cdot C}$ ,

відповідно ( $A = i$  та  $B = s$ ).

Таким чином, параметр  $a_m$  розраховуємо як  $a_m = \frac{1}{s+i}$ , або  $a_m = \frac{1}{A+B}$ .

В нашому випадку отримано  $a_m=0,0174$  моль/г.

### 3. Розрахунок питомої поверхні $S_{num}$ :

$$S_{num} = a_m \cdot \omega \cdot N_A,$$

де  $S_{num}$  – питома поверхня, як **поверхня 1 г твердого тіла**,  $a_m$  – ємність моношару, виражена в молях адсорбата в розрахунку на 1 грам адсорбенту (моль/г),  $\omega$  – середня площа ( $m^2$ ), яку займає молекула адсорбата в заповненому моношарі,  $N_A$  – число Авогадро ( $6,022 \cdot 10^{23}$  молекул/моль).

Середня площа ( $m^2$ ), яку займає молекула адсорбата в заповненому моношарі  $\omega$  становить  $0,162 \text{ нм}^2$ , або  $0,162 \cdot 10^{-18} \text{ м}^2$ .

Розраховуємо повну площу поверхні зразка  $S = a_m \cdot \omega \cdot N_A$ :

$$S = 0,0174 \text{ mol / g} \cdot 0,162 \cdot 10^{-18} \text{ м}^2 \cdot 6 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}.$$

Отримуємо  $S = 1687 \text{ м}^2 / \text{г}$ .

Отримуємо значення  $S_{пит}=1687 \text{ м}^2/\text{г}$ .

Порівняйте розраховане значення  $S_{spec}$  з значенням величини питомої поверхні для цього зразка активованого вуглецю, яке отримали з використанням програмного забезпечення сорбтометра Quantachrome Nova 2200e  $S_{num}^{exp} = 1697 \text{ м}^2 / \text{г}$ , і зробіть висновок.

3. Використовуючи отримане значення величини питомої поверхні  $S_{num}^{теор}$ , розрахуйте середній розмір частинок (за методом BET):

$$d = \frac{6}{S_{num} \cdot \rho_{carbon}},$$

де  $d$  – середній розмір часток;  $\rho_{AB}$  – густина зразка (активованого вуглецю) ( $\rho_{carbon} = 2,246 \text{ г/см}^3$ ).

5. Отримані результати занесіть в таблицю і зробіть висновок про характер пористої структури дослідженого зразка.

Таблиця

№	s	i	$a_m$ моль/г	$\omega$ , $m^2$	$S_{num}$ , $m^2/g$	$m_{AB}$ , г	d, нм
1						0,036	

**За зразком здійснити розрахунки відповідно до індивідуальних завдань.**

**Дані знаходяться в файлах isotherm.txt**

**Номери за списком!!!!**