



ISLN

Quarterly, 2018

Volume2, Number 3

Pages: 5-12

Print ISSN: 2538-4910

Online ISSN: 2588-641X

Porosity and surface area measuring device (BET): The Basis of Work, Mechanism, Performance and data analysis

Alireza Nikzad^{1*}, Abolghasem Avazpour², Ghasem Rezaei³

Abstract

The BET method is important among known methods to study the porosity and specific surface area of different materials. This method is based on an absorption method that is completely non-destructive and cheaper than other methods, and the ability to analyze existing data is much more accurate, easier and more efficient. Generally speaking, studying catalysts, ceramic materials, polymers, pharmaceuticals, nano coatings and nanotubes and activated carbon is important, knowing the specific surface, volume and distribution of pores. This method is based on the measurement of the amount of nitrogen gas absorbed and desiccated by the surface of the material at constant temperature. As the cell contains the analyzed sample inside the tank with constant temperature, and with the gradual increase of the carrier gas pressure, and then with the gradual reduction of the carrier gas pressure, the volume of gas absorption by the material is calculated. The information obtained from these processes is obtained in the form of diagrams of absorbed and desaturated gas volume. By performing these processes, with precise control and complete knowledge, the specific surface area of the material to be measured, the diameter, volume, and distribution of the size of the material holes can be calculated. By analyzing this analysis, it can be used in various research advances such as nanotechnology, Polymer and textile, electronics, energy, etc. played a very important role. Porosity meter in the central laboratory of Yasouj University; Analyzing the specific surface area of the materials; analyzing the pore diameter; surface area; pore volume; pore size distribution for a variety of ceramic materials; polymers; carbon nanotubes; estimating the specific surface area of the catalyst; It performs extremely high precision. Types of files are also available depending on the need of the researcher. It can be adsorption/desorption isotherm, BET isotherm, BJH isotherm, t-plot & langmuir isotherm, MP isotherm, DH isotherm.

Key Words:

Porosimetry,
Langmuir Theory,
BET Theory,
Special Surface Area,
Pore Volume,
Pore Size Distribution.

(*) Corrospounding athour

Department of Physics, University of Yasouj, Yasouj, Iran

1. BET expert at the Central Lab/ Expert of the Central Lab , Yasouj, Iran

E-mail: Ar.nikzad@yu.ac.ir

Tel: 09120203751

2. Department of Physics, University of Yasouj, Yasouj, Iran

E-mail: Avazpour@yu.ac.ir

Tel: 09171411345

3. Department of Physics, University of Yasouj, Yasouj, Iran

E-mail: Grezaei@yu.ac.ir

Tel:09177103286

دستگاه اندازه گیری تخلخل و سطح ویژه (BET): اساس کار، مکانیسم، عمل کرد و تحلیل داده‌ها



شاعا
فصلنامه علمی
سال دوم، شماره ۳
صفحات ۵-۱۱، ۱۳۹۷
شاپای چاپی: ۲۵۳۸-۴۹۱
شاپای الکترونیکی: X-۶۴۱۸-۲۵۸۸

علیرضا نیکزاد^{۱*}، ابوالقاسم عوض پور^۲، قاسم رضایی^۳

روش BET جهت بررسی میزان تخلخل و سطح ویژه مواد از اهمیت بالایی برخوردار است. این روش بر پایه روش جذب سطحی بوده که کاملاً غیر مخرب و نسبت به سایر روش‌ها ارزان‌تر و قابلیت تحلیل داده‌های موجود؛ بسیار دقیق، راحت و موثر بوده و بر اساس سنجش میزان حجم گاز نیتروژن جذب و واجذب شده توسط سطح ماده در دمای ثابت می‌باشد. سلول حاوی نمونه مورد آنالیز در درون مخزن با دمای ثابت قرار گرفته و با افزایش تدریجی فشار گاز حامل و سپس با کاهش تدریجی فشار گاز حامل، میزان جذب حجم گاز توسط ماده محاسبه می‌شود. اطلاعات به دست آمده از این فرایند به صورت نمودار حجم گاز جذب و واجذب شده بدست می‌آید که می‌توان سطح ویژه ماده مورد نظر، قطر، حجم و توزیع سایز حفره‌های ماده را محاسبه کرد. با این آنالیز، می‌توان در تحقیقات مختلف از جمله نانوفناوری، صنایع پلیمری و نساجی، الکترونیک، انرژی و غیره استفاده کرد. دستگاه BET موجود در آزمایشگاه مرکزی دانشگاه یاسوج؛ می‌تواند آنالیز تعیین سطح ویژه مواد، قطر منافذ، مساحت سطح، حجم منافذ، توزیع اندازه منافذ برای انواع مواد را با دقت بالایی انجام دهد. انواع فایل‌ها بسته به نیاز محقق قابل ارایه می‌باشد که می‌تواند نمودار همدمای جذب و واجذب (adsorption/desorption)، نمودار همدمای BET، نمودار همدمای BJH، نمودار همدمای t-plot & langmuir، نمودار همدمای MP، و نمودار همدمای DH باشد.

چکیده



ابوالقاسم عوض پور



علیرضا نیکزاد



قاسم رضایی

واژگان کلیدی:

تخلخل سنجی،
تئوری لانگمیر،
تئوری BET،
سطح ویژه حفره‌ها،
حجم حفره‌ها،
توزیع حفره‌ها

(*) مسئول مکاتبات.

گروه فیزیک، دانشگاه یاسوج، یاسوج، ایران
۱. کارشناس دستگاه BET آزمایشگاه مرکزی، کارشناس آزمایشگاه مرکزی، دانشگاه یاسوج، ایران

ایمیل: Ar.nikzad@yu.ac.ir

تلفن: ۰۹۱۲۰۲۰۳۷۵۱

۲. گروه فیزیک، دانشگاه یاسوج، یاسوج، ایران

ایمیل: Avazpour@yu.ac.ir

تلفن: ۰۹۱۷۱۴۱۱۳۴۵

۳. گروه فیزیک، دانشگاه یاسوج، یاسوج، ایران

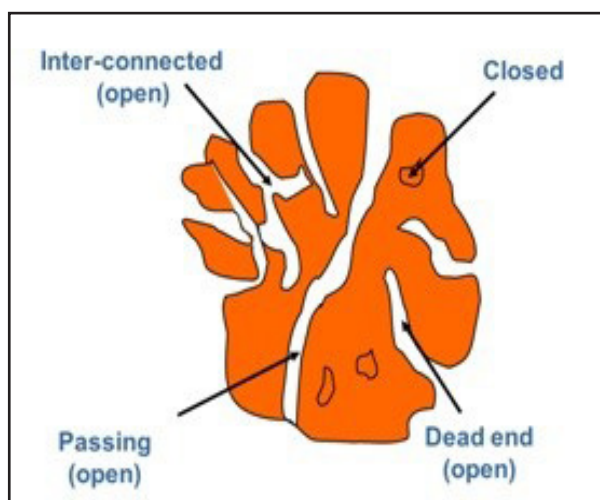
ایمیل: Grezaei@yu.ac.ir

تلفن: ۰۹۱۷۷۱۰۳۲۸۶



شکل ۱- دسته‌بندی حفره‌ها از نظر اندازه [۸].

تخلخل‌ها نیز از نظر نوع به چهار گروه حفره‌های کور^۷، حفره‌های بسته^۸، حفره‌های راه به در^۹ و حفره‌های متصل به هم تقسیم‌بندی^{۱۰} می‌شوند که در شکل (۲) انواع این حفره‌ها نشان داده شده است [۸ و ۹].



شکل ۲- تخلخل‌ها از نظر نوع حفره‌ها [۹].

اندازه‌گیری سطح ویژه، قطر، حجم و توزیع اندازه حفره‌های مواد دارای کاربردهای بسیار مهمی است. کاتالیست‌ها، ترکیبات نانو جاذب، مواد سرامیکی و فلزی، مواد دارویی و پلیمرها از جمله موادی هستند که دانستن سطح ویژه آن‌ها بسیار حائز اهمیت است. امروزه از روش‌های مختلفی جهت اندازه‌گیری و بررسی میزان تخلخل، شکل حفره‌ها و سطح ویژه مواد استفاده می‌شود که از جمله این روش‌ها می‌توان به روش‌های بر پایه جذب، بر پایه پراش و بر پایه تصویربرداری اشاره کرد. در میان این روش‌ها روش BET که توسط سه دانشمند به نام‌های برونر، امت^۲ و تلر^۳ در سال ۱۹۳۱ ارائه گردید، مبتنی بر جذب می‌باشد که بسیار ساده‌تر و دقیق‌تر و قابل اعتمادتر نسبت به سایر روش‌ها می‌باشد [۱-۳].

اساس کار این روش بر اساس سنجش میزان گاز نیتروژن جذب و واجذب شده توسط سطح ماده مورد بررسی و در دمای نیتروژن مایع (۷۷ k یا -69.1°C) می‌باشد. به این صورت که سلول حاوی نمونه مورد آنالیز در درون مخزن نیتروژن مایع قرار گرفته و سپس با افزایش تدریجی فشار گاز نیتروژن با درصد خلوص بالا در طی مراحل مختلف، میزان جذب حجم گاز توسط ماده محاسبه می‌شود. در مراحل بعد با کاهش تدریجی فشار گاز نیتروژن، میزان واجذب ماده محاسبه خواهد شد. اطلاعات به دست آمده از این فرآیندها به صورت نمودار حجم گاز نیتروژن جذب و واجذب شده توسط ماده مورد بررسی در دمای ثابت رسم می‌شود. با انجام این فرآیندها و با کنترل دقیق و آگاهی کامل می‌توان سطح ویژه ماده مورد نظر، قطر، حجم و توزیع اندازه حفره‌های ماده را محاسبه کرد [۴-۶]. دستگاه موجود در آزمایشگاه مرکزی دانشگاه یاسوج (Belsorp miniII) قابلیت اندازه‌گیری و محاسبه تمامی پارامترهای فوق را با دقت و کیفیت بسیار بالا دارد. لازم به ذکر است که با این روش اندازه‌گیری، هیچ‌گونه آسیبی به نمونه وارد نمی‌شود و نمونه قابلیت استفاده برای سایر آنالیزها را خواهد داشت. مواد مختلف بسته به ساختار فیزیکی خود اغلب دارای یک سری حفره‌هایی در داخل ساختار خود یا بر روی سطح‌شان می‌باشند. اندازه حفره‌ها را میتوان بر طبق دسته‌بندی توسط آیوپاک (IUPAC) به سه دسته کلی تقسیم‌بندی کرد.

اگر اندازه ابعاد حفره‌ها کوچک‌تر از ۲ نانومتر باشد، جزء میکرو حفره‌ها^۴ به شمار می‌آید. اگر اندازه حفره‌ها در بازه ۲ نانومتر تا ۵۰ نانومتر قرار بگیرد، با نام مزوحفره^۵ شناخته می‌شوند. در صورتی که اندازه و ابعاد حفره‌ها بیش‌تر از ۵۰ نانومتر باشد، به آنها ماکرو حفره^۶ گفته می‌شود [۷]. به طور کلی اغلب دستگاه‌های تخلخل سنجی برای مواد ماکرو حفره مناسب نیستند و این مواد به طور کلی نیز دارای نقاطی در زیر محور فشار نسبی خواهند بود و منجر به ایجاد ایزوترم نامطلوب می‌شوند [۸]. در شکل (۱) دسته‌بندی از نظر اندازه حفره‌ها نشان داده شده است.

^۱Brunauer

^۲Emmett

^۳Teller

^۴Micropores

^۵Mesopores

^۶Macropores

^۷Dead End Pores

^۸Closed Pores

^۹Passing pores

^{۱۰}Inter-Connected Pores



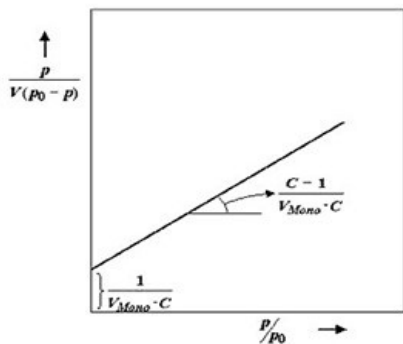
برای مواد نانو سرامیکی در صورتی که سطح ویژه افزایش پیدا کند؛ پایداری، چگالی و قدرت گل‌سفال‌ی افزایش می‌یابد و هم‌چنین با افزایش سطح ویژه در مواد خام شیشه‌ای، میزان شکست و ترک کاهش چشم‌گیری خواهد داشت [۱۱].

از جمله پارامترهای مهم مورد توجه در آنالیز، میزان سطح ویژه و درصد تخلخل می‌باشد که به ترتیب در روابط زیر ارائه شده‌اند [۸].

$$S = \frac{A}{m} \text{ (m}^2\text{/g)} \quad (1)$$

$$\% = \frac{v}{V} \times 100 \quad (2)$$

که در رابطه (۱)، S سطح ویژه، A سطح کل و m جرم جسم بوده و در رابطه (۲)، $\%$ درصد تخلخل، v حجم حفره‌ها و V حجم کل جسم (شامل حفره‌ها) می‌باشد. نظریه BET مدل و فرضیه تکمیلی و گسترده‌تر مدل لانگمیر می‌باشد. معمولاً مدل لانگمیر، مدل جذب تک لایه‌ای است در صورتی که مدل BET مدل جذب چند لایه‌ای می‌باشد. در شکل (۴) نمودار BET به صورت کامل نشان داده شده است [۸ و ۹].



شکل ۴- نمودار BET استخراج شده از نمودار جذب و واجذب همدم [۹].

انواع مختلف ایزوترم جذب برای مواد مختلف وجود دارد که بر طبق دسته‌بندی آیوپاک شش دسته کلی از این انواع معرفی شده است که البته در حالت ایده‌آل مورد توجه قرار گرفته و محاسبه شده‌اند. ایزوترم به نموداری گفته می‌شود که در دمای ثابت و بر اساس تغییرات فشار رسم می‌شود و بر اساس نوع خلل و فرج‌های موجود در ماده مورد بررسی، با هم فرق می‌کنند.

^{۱۱}Slits

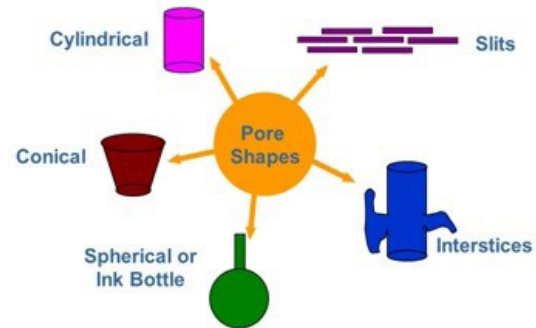
^{۱۲}Conical

^{۱۳}Cylindrical

^{۱۴}Spherical or Ink bottle

^{۱۵}Interstices

هم‌چنین تخلخل‌ها می‌توانند بسته به نوع ماده و روش ساخت و محیط فیزیکی‌شان به اشکال لایه‌های^{۱۱}، مخروط ناقص^{۱۲}، استوانه‌های^{۱۳}، قطره‌های^{۱۴} و چاهکی^{۱۵} تقسیم‌بندی شوند که این موضوع نیز در شکل (۳) مشخص شده است [۹].

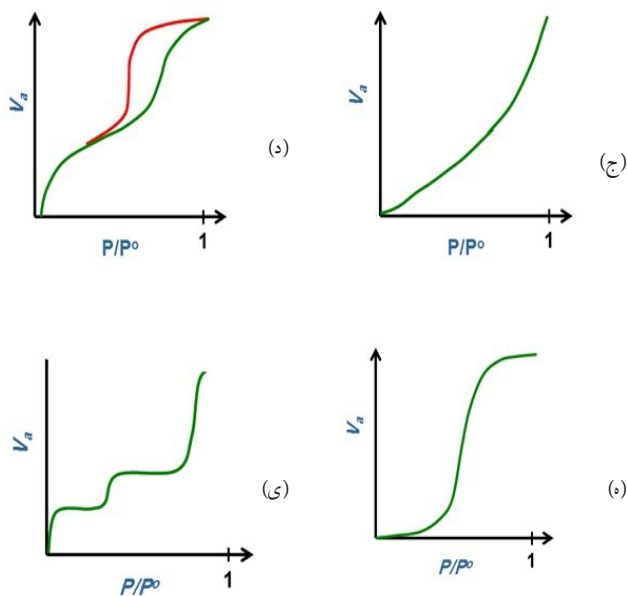


شکل ۳- تخلخل‌ها از نظر شکل حفره‌ها [۹].

کاربرد آنالیز تخلخل سنجی BET

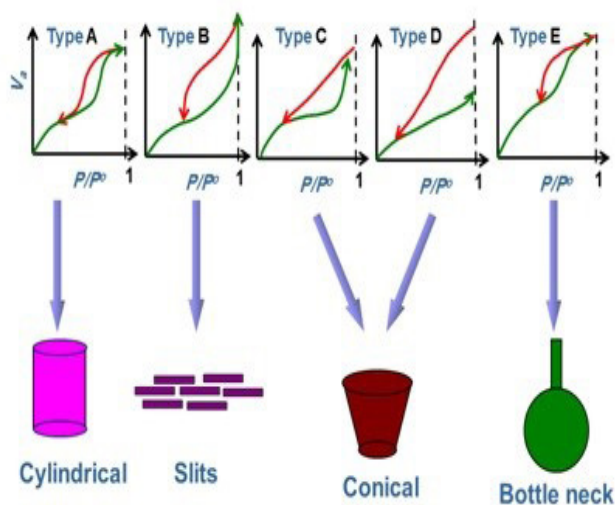
مساحت سطح ویژه از جمله مهم‌ترین پارامترها در تعیین عملکرد کاتالیست‌ها است. به طور کلی هر چه سطح ویژه بزرگ‌تر باشد، برهم‌کنش بیشتری با واکنش‌گرها دارد و در نتیجه انتقال جرم نیز بهبود می‌یابد. عمل‌کرد یک کاتالیست ارتباط ویژه‌ای با سطح ویژه آن کاتالیست دارد. هم‌چنین سطح ویژه و تخلخل مواد در صنعت باتری سازی اهمیت ویژه‌ای دارد. سطح ویژه مواد مختلف تاثیر مهمی در بازده و عمل‌کرد دوره‌ای باتری دارد. لازم به ذکر است که اندازه تخلخل‌ها در این مواد منجر به افزایش روند نرخ شارژ و دشارژ و جذب بار می‌گردد. اگر مقدار سطح بسیار بزرگ باشد، در دوره‌ای اول مقدار زیادی از ظرفیت از بین می‌رود [۱۰].

در مواد مغناطیسی نیز سطح ویژه دارای اهمیت فراوانی است. به عنوان مثال از ماده فریت اسپینلی Fe_3O_4 که دارای سطح ویژه بسیار بالایی می‌باشد، می‌توان قطرات روغن را بسیار راحت جذب کرد و از چرب شدن بیش از حد جلوگیری نمود. در صنایع جداسازی، قالب سازی، رنگ، اشباع رنگ، روشنایی و چسبندگی جامدات؛ موضوع سطح ویژه و حجم تخلخل و توزیع اندازه حفره‌ها از اهمیت بسیار بالایی برخوردار می‌باشد [۱۱].



شکل ۵- انواع ایزوترم جذب در نمونه‌ها [۱۰].

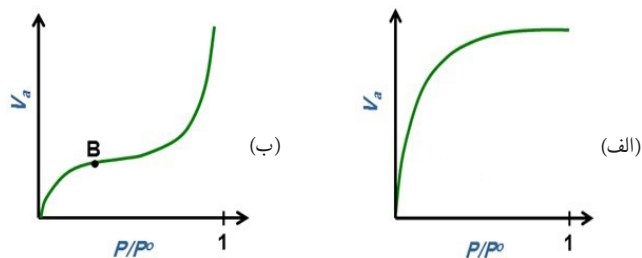
در شکل (۶) انواع هیستریزس مواد ارائه شده است و هندسه حفره‌های تخمینی مربوط به هر کدام از آنها نشان داده شده شده‌اند.



شکل ۶- انواع هیستریزس و هندسه‌های تخمینی حفره‌های متناسب با هیستریزس [۲۱].

اولین نوع ایزوترم جذب را که اصطلاحاً ایزوترم نوع ۱ گفته می‌شود و در شکل (۵- الف) نشان داده شده است، مربوط به مواد میکرو حفره می‌باشد. همان‌طور که از شکل مشخص است، در مقادیر کم P/P_0 ، میزان سرعت جذب گاز نیتروژن بر روی سطح ماده بسیار بالا بوده و رفته رفته و با پر شدن میزان حفره‌ها میزان جذب کاهش یافته است. مدل ۲ و ۳ (شکل ۵- ب و شکل ۵- ج) ایزوترم جذب مربوط به مزوحفره‌ها بوده که در یکی جذب کم و در دیگری جذب خاصی وجود ندارد. دو مدل دیگر از ایزوترم‌های جذب که اصطلاحاً با مدل‌های نوع ۴ و ۵ (شکل ۵- د و شکل ۵- ه) شناخته می‌شوند، مربوط به مواد مزوحفره بوده و مسیر رفت و برگشت بر روی هم منطبق نمی‌شوند. یعنی اینکه نمودار جذب بر روی نمودار واجذب منطبق نمی‌باشد و عوامل مختلفی می‌توانند منشأ این موضوع باشند. از جمله این عوامل می‌توان به شکل حفره‌ها، ساختار مواد، روش تولید مواد و خلوص فیزیکی ماده اشاره کرد. ایزوترم نوع ۶ (شکل ۵- ی) اصطلاحاً به موادی که دارای سطوح غیر متخلخل هستند و جذب در آن‌ها به صورت لایه‌ای صورت می‌گیرد مربوط می‌باشد. در مدل ایزوترم‌های نوع ۵ و ۶ با توجه به نوع حلقه هیستریزس و ابتدا و انتهای حلقه می‌توان مشخص کرد که شکل و نوع حفره‌ها به چه صورتی بوده و اندازه حفره‌ها تقریباً چگونه است [۲۱ و ۳۱].

جذب بر روی نمودار واجذب منطبق نمی‌باشد و عوامل مختلفی می‌توانند منشأ این موضوع باشند. از جمله این عوامل می‌توان به شکل حفره‌ها، ساختار مواد، روش تولید مواد و خلوص فیزیکی ماده اشاره کرد. ایزوترم نوع ۶ (شکل ۵- ی) اصطلاحاً به موادی که دارای سطوح غیر متخلخل هستند و جذب در آن‌ها به صورت لایه‌ای صورت می‌گیرد مربوط می‌باشد. در مدل ایزوترم‌های نوع ۵ و ۶ با توجه به نوع حلقه هیستریزس و ابتدا و انتهای حلقه می‌توان مشخص کرد که شکل و نوع حفره‌ها به چه صورتی بوده و اندازه حفره‌ها تقریباً چگونه است [۲۱ و ۳۱].



آماده سازی نمونه

جهت انجام آنالیز BET ابتدا باید نمونه آماده سازی شود. این مرحله شامل خشک کردن نمونه در دماهای بین اتاق تا ۳۰۰ درجه سانتی گراد بوده و سپس گاز زدایی از سطح نمونه جهت خروج بخار آب احتمالی، دی اکسید کربن و سایر مولکول هایی که ممکن است حجم حفره های ماده را اشغال کرده باشند، انجام می شود. پس از طی این مراحل، نمونه در معرض نیتروژن مایع و در دمای ثابت ۷۷ درجه کلوین قرار گرفته و مقادیر خاص و تعیین شده از نیتروژن از روی نمونه عبور داده می شود و عمل جذب و واجذب گاز نیتروژن بر روی سطح ماده مورد بررسی انجام شده و نهایتاً پس از ایجاد حالت تعادل و با استفاده از رابطه گازها مقادیر گاز جذب و واجذب شده محاسبه و بررسی می شود. دستگاه موجود در آزمایشگاه مرکزی دانشگاه یاسوج به صورت چند نقطه ای بوده و در هر لحظه فشار بخار اشباع اندازه گیری می شود و نموداری دقیق که شامل سطح ویژه و دیگر پارامترهای مهم می باشد استخراج می گردد. لازم به ذکر است که علاوه بر گاز نیتروژن می توان از سایر گازهایی که قابلیت تراکم بالا دارند و همچنین دارای مولکول های کروی و کوچک می باشند، استفاده کرد. از جمله این گازها آرگون و کریپتون هستند ولی از آنجا که گاز نیتروژن ارزان تر بوده و خواص فوق را نیز دارد و همچنین خلوص گاز نیتروژن بسیار بالا می باشد از این گاز استفاده می شود [۳۱].

آنالیز و تحلیل نتایج

در روش BET فرض جذب در لایه ی nام وجود دارد پس در این شرایط گفته می شود که لایه (n-1)ام کاملاً پر شده و این موضوع در کل محدوده مورد بررسی دچار ایراداتی خواهد شد که ما را مجبور به انتخاب تنها محدوده ای از نمودار می کند. این محدوده عمدتاً در بازه ۰/۳-۰/۵ قرار می گیرد به طوری که در مقادیر بالاتر از ۰/۳، پیچیدگی های ناشی از عمل جذب در بیش تر از یک لایه بوجود می آید و در مقادیر کمتر از ۰/۵ به دلیل مقادیر جذب خیلی کم، نمی توان گفت که اندازه گیری با دقت انجام شده است.

دستگاه Belsorp miniIII موجود در آزمایشگاه مرکزی دانشگاه یاسوج، دارای سیستم کنترل اتوماتیک دقیق بوده و نرم افزار آن بسیار قدرتمند است.

این دستگاه می تواند به آسانی برای محاسبه پارامترهای سطح ویژه و تخلخل سنجی نمونه های میکرو متخلخل مورد استفاده قرار بگیرد. از دیگر قابلیت های کم نظیر این دستگاه، کیفیت و پایداری بالای دستگاه در اثر ترافیک کاری و قابلیت استفاده از سه سل همزمان می باشد [۴۱].

$$\frac{P/P_0}{V(1-P/P_0)} = \frac{1}{cV_m} + \frac{c-1}{cV_m}(P/P_0) \quad (3)$$

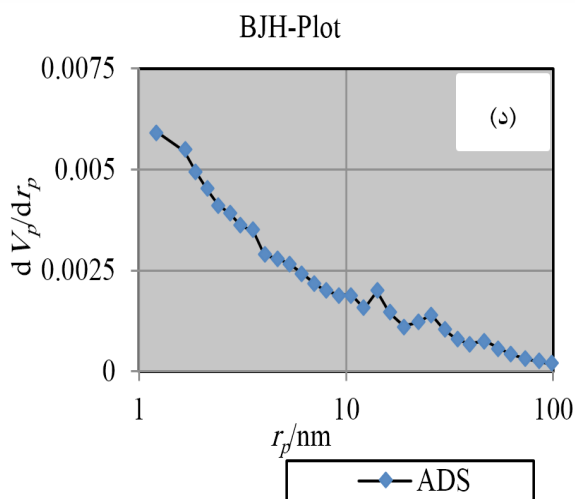
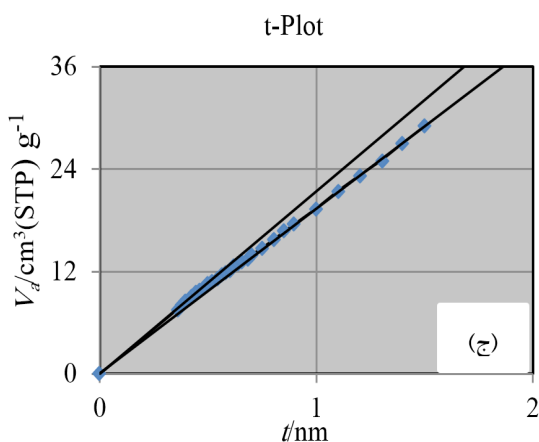
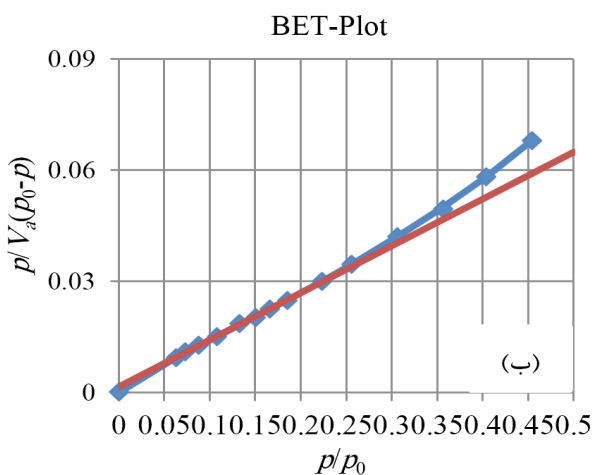
P فشار جزئی گاز جذب شده در حالت تعادل و در دمای k ۴/۷۷ و بر حسب پاسکال می باشد. P₀ فشار جزئی گاز جذب شده بر حسب پاسکال، V حجم گاز جذب شده در حالت استاندارد و بر حسب میلی لیتر (۱×۱۰^۳×۳۱۰) و k و V_m حجم گاز جذب شده در حالت استاندارد و جهت تولید یک تک لایه روی سطح نمونه بر حسب میلی لیتر و C فاکتور انرژی و مقداری ثابت که به آنتالپی جذب گاز جذب شده روی نمونه بستگی دارد.

اندازه گیری حجم میکرو حفره ها و مزو حفره ها با استفاده از حالت های T plot، MP plot، BJH، Dh، CI، روش مورد مطالعه قرار می گیرد. این دستگاه دارای پمپ مولکولی بوده و خلاء را به مقدار ۱۰^{-۶} پاسکال می رساند.

رزولوشن فشار در این دستگاه تا حد ۴ پاسکال می باشد. سرعت خلاء کردن بین یک تا ۵۰۰ میلی لیتر بر دقیقه است و گسترش فشار کنترل شده کم تر از یک کیلو پاسکال می باشد.

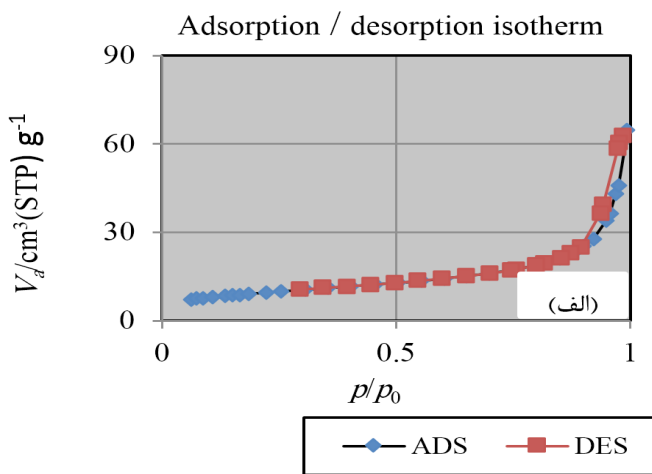
عملکرد آنالیز سطح ویژه در این دستگاه، مساحت سطح BET (تک نقطه ای، چند نقطه ای)، مساحت سطح لانگمیر، SSTA، تعیین منحنی ایزوترم جذب/ واجذب، DFT، FS، HK، MP، DR، t-plot، BJH. سطح خاص می تواند m²/g ۱۰/۰ و بالاتر (بسته به چگالی نمونه) باشد. توزیع سایز حفره ها در بازه عددی nm ۲۰۰-۵۳۰ (رزولوشن حجم حفره ها ۵۲۰ μl) قرار می گیرد. بدون نیاز به کنترل سطح نیتروژن مایع با دستور کاری از AFSM انجام می شود و اندازه گیری به صورت اتوماتیک فشار بخار اشباع صورت می گیرد. اندازه گیری به صورت مستقل و همزمان تا سه تا نمونه قابل انجام می باشد قاعده اندازه گیری به روش جذب گاز حجمی + روش اندازه گیری فضای آزاد پیشرفته است.





گازهای مورد استفاده می‌توانند H_2 ، CO_2 ، Ar ، N_2 ، متان، بوتان یا هر نوع گاز خورنده باشد. اگر دو پورت استفاده شود، منجر به دقت بالا می‌شود و در حالت استاندارد می‌توان سه پورت را استفاده کرد. حجم ظرف دو جداره برابر با ۲lit است. برنامه‌های اندازه‌گیری عبارتند از: اندازه‌گیری ایزوترم جذب/واجذب به صورت اتوماتیک، سیستم چک و خلاء نهایی تا ۱ pa و پایین‌تر.

شکل (۷) تعدادی از نتایج آنالیز تخلخل سنجی دستگاه Belsorp miniII را (که در آزمایشگاه مرکزی دانشگاه یاسوج موجود است) به ترتیب در حالت‌های مختلف آنالیزی از جمله Adsorption / desorption isotherm، BET-Plot، T-Plot و BJH-Plot نشان می‌دهد. این آنالیز از نانو پودرهای هسته پوسته $Fe_3O_4-SiO_2$ با دمای گاز زدایی برابر با 510° درجه سانتی‌گراد گرفته شده است. هم‌چنین خلاص‌های از خروجی‌های لازم از آنالیز در جدول (۱) مشخص شده است. وجود ناچیز میکرو حفره‌ها در مقابل مقادیر زیادی از ماکرو حفره‌ها در این نتایج مشخص است. هم‌چنین وجود پسماند ایجاد شده در نتایج بدست آمده و شکل پسماند، می‌تواند گویای وجود حفره‌هایی با اشکال مخروط ناقص باشد. مقدار سطح ویژه بدست آمده از نمودار BET برابر با $33/259 m^2 g^{-1}$ بوده و وضوح، کیفیت و دقت بسیار بالای این نتایج با سایر نتایج دستگاه‌های مشابه قابل مقایسه بوده و گویای عمل‌کرد بهتر، آنالیز مطلوب‌تر و دقت بالای این دستگاه نسبت به دیگر دستگاه‌های موجود می‌باشد.



شکل ۷- نمودارهای محاسبه شده از دستگاه تخلخل‌سنج



نتیجه‌گیری

انجام آنالیزهای تخلخل‌سنجی به روش BET از جمله آنالیزهای بسیار مطلوب و کاربردی جهت اندازه‌گیری سطح ویژه، توزیع حفره‌ها، حجم و قطر حفره‌ها می‌باشد و توسط این آنالیز می‌توان به نوع و اندازه حفره‌های موجود در پودرها و مواد دسترسی پیدا کرد. با این آنالیز می‌توان در مطالعه کاتالیست‌ها، مواد سرمیکی، پلی‌مرها، مواد دارویی، پوشش‌های نانویی و نانولوله‌ها و کربن فعال؛ دانستن سطح ویژه، حجم و توزیع منافذ بسیار حائز اهمیت است. این روش بر اساس سنجش میزان حجم گاز نیتروژن جذب و واجذب شده توسط سطح ماده در دمای ثابت می‌باشد. در این روش یک لایه کامل از مولکول‌های ماده جذب شونده (گاز نیتروژن) بر روی سطح نانو پودر ایجاد می‌شود. از آنجا که ضخامت متوسط یک مولکول از قبل بدست آمده است، می‌توان سطحی که یک مولکول اشغال می‌کند را محاسبه کرده و بر اساس میزان ماده جذب شده، مساحت سطح کل نمونه را اندازه‌گیری کرد. این سیستم بر اساس تئوری BET و هم‌چنین مقادیر اندازه‌گیری شده جذب و واجذب ماده می‌تواند سطح ویژه، قطر، حجم و توزیع اندازه حفره‌های ماده را محاسبه نماید.

منابع

- [1] Walton, Krista S., and Randall Q. Snurr. "Applicability of the BET method for determining surface areas of microporous metal-organic frameworks." *Journal of the American Chemical Society* 129.27 (2007): 8552-8556.
- [2] Dollimore, D., P. Spooner, and A. Turner. "The BET method of analysis of gas adsorption data and its relevance to the calculation of surface areas." *Surface Technology* 4.2 (1976): 121-160.
- [3] Bhambhani, M. R., et al. "Analysis of nitrogen adsorption isotherms on porous and nonporous silicas by the BET and α s methods." *Journal of Colloid and Interface Science* 38.1 (1972): 109-117.
- [4] Scherdel, C., G. Reichenauer, and M. Wiener. "Relationship between pore volumes and surface areas derived from the evaluation of N₂-sorption data by DR-, BET-and t-plot." *Microporous and Mesoporous Materials* 132.3 (2010): 572-575.
- [5] Koh, Kyoungmoo, Antek G. Wong-Foy, and Adam J. Matzger. "A porous coordination copolymer with over 5000 m²/g BET surface area." *Journal of the American chemical society* 131.12 (2009): 4184-4185.

آزمایشگاه مرکزی دانشگاه یاسوج از نمونه‌های نانو پودر هسته - پوسته $Fe_3O_4-SiO_2$ با دمای گاز زدایی برابر با ۵۱۰ درجه سانتی‌گراد. الف) نمودار جذب و واجذب با حلقه پسماند ایجاد شده. ب) نمودار BET در بازه فشار نسبی ۰/۵۳-۰/۵۰ (ج) نمودار t-Plot از نمونه در بازه مشخص شده (د) نمودار BJH-Plot از نمونه در بازه مشخص شده و نحوه توزیع حفرات.

BET plot		
V_m		7.8006 [cm ³ (STP)]
α_s BET		33.952 [m ² g ⁻¹]
C		85.731
Total pore volume($p/p_0=0.990$)		0.094049 [cm ³ g ⁻¹]
Mean pore diameter		11.08 [nm]
t plot		
Plot data	Adsorption branch	
a_1		32.962 [m ² g ⁻¹]
V_1		0 [cm ³ g ⁻¹]
a_2		29.687 [m ² g ⁻¹]
V_2		0.00018554 [cm ³ g ⁻¹]
2t		0.1126 [nm]
BJH plot		
Plot data	Adsorption branch	
V_p		0.088368 [cm ³ g ⁻¹]
$r_{p,peak}$ (Area)		1.22 [nm]
a_p		23.395 [m ² g ⁻¹]

جدول ۱- پارامترهای بدست آمده از آنالیز تخلخل‌سنجی آزمایشگاه مرکزی دانشگاه یاسوج



- [6] Chenebault, P., and A. Schürenkämper. "The Measurement of Small Surface Areas by the BET Adsorption Method1." *The Journal of Physical Chemistry* 69.7 (1965): 2300-2305.
- [7] Coughlin, Robert W., and Fouad S. Ezra. "Role of surface acidity in the adsorption of organic pollutants on the surface of carbon." *Environmental Science & Technology* 2.4 (1968): 291-297.
- [8] Hwang, Nina, and Andrew R. Barron. "BET surface area analysis of nanoparticles." *The Connexions project* (2011): 1-11.
- [9] Dollimore, D., P. Spooner, and A. Turner. "The BET method of analysis of gas adsorption data and its relevance to the calculation of surface areas." *Surface Technology* 4.2 (1976): 121-160.
- [10] Maffei, A. Verena, Peter M. Budd, and Neil B. McKeown. "Adsorption studies of a microporous phthalocyanine network polymer." *Langmuir* 22.9 (2006): 4225-4229.
- [11] Hart, Kyle E., Lauren J. Abbott, and Coray M. Colina. "Analysis of force fields and BET theory for polymers of intrinsic microporosity." *Molecular Simulation* 39.5 (2013): 397-404.
- [12] Naderi, Majid. "Surface Area: Brunauer–Emmett–Teller (BET)." *Progress in filtration and separation*. Academic Press, 2015. 585-608.
- [13] Marshall, P. V., P. A. Cook, and D. R. Williams. "A new analytical technique for characterising the water vapour sorption properties of powders." *international symposium on solid oral dosage forms*, Stockholm. 1994.
- [14] Adamson, Arthur W., and Alice Petry Gast. *Physical chemistry of surfaces*. Vol. 150. New York: Interscience, 1967.

