

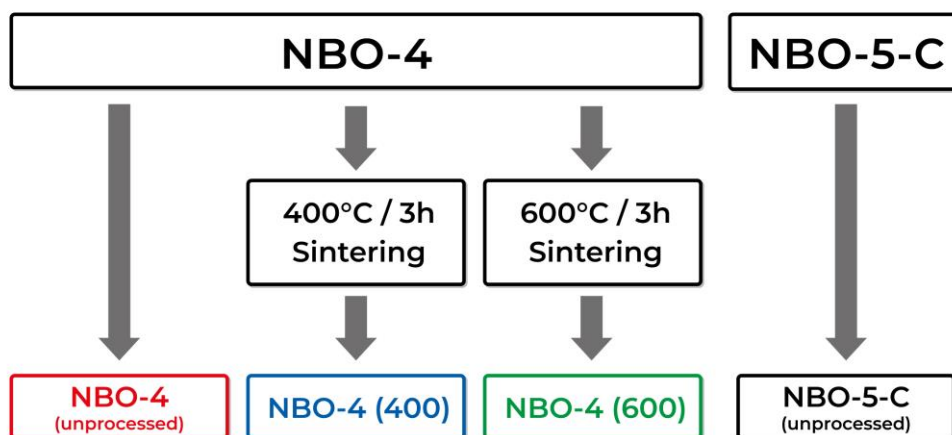
Определение структуры гидроксида ниобия и карбида ниобия (эталонных катализаторов) методом газовой адсорбции (Удельная площадь поверхности, Распределение пор) и Не вытеснение газа (Определение истинной плотности)

Обзор

Измерение истинной плотности с использованием измерения изотермы адсорбции/десорбции азота и вытеснения газа Не было проведено на гидроксида ниобия (эталонный катализатор: JRC-NBO-4) и карбиде ниобия (эталонный катализатор: JRC-NBO-5-C), которые, как ожидается, будут использоваться в оптических линзах, электронных материалах (пьезоэлектрический элемент, конденсатор, ПАВ-фильтр), кислотные катализаторы, носители катализатора и т.д. По этой причине структурная оценка каждого образца проводилась на основе удельной площади поверхности, площади внешней поверхности, объема пор и распределения пор по размерам.

Образцы и приборы

Каждый из образцов NBO-4 и NBO-5-C обрабатывали по следующей схеме с последующим измерением размера частиц, распределения пор и изоэлектрической точки с использованием прибора, указанного ниже.



N₂ Адсорбция газа
BELSORP MINI X

Температура предварительной обработки:
 200°C, 3 ч в вакууме.
 Условия измерения: N₂, 77K
 BET метод • t-plot метод
 ВЗН метод (прибл. 200 нм)



Не Вытеснение газа Измерение истинной плотности
BELPYNCO

Предварительная обработка: Не продувка 10 раз
 Условия измерения: 10 times precision 0.02%
 Температура измерения: 25°C

Результаты

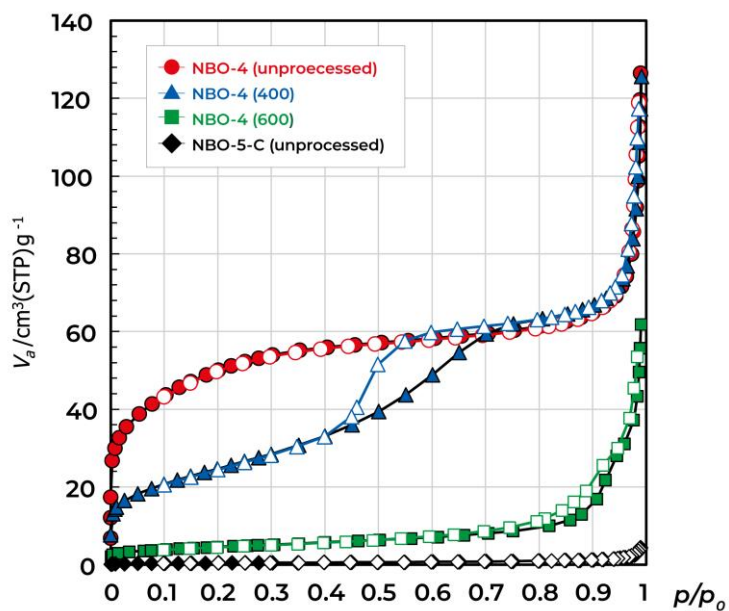


Рис. 1 Изотерма адсорбции/ десорбции азота

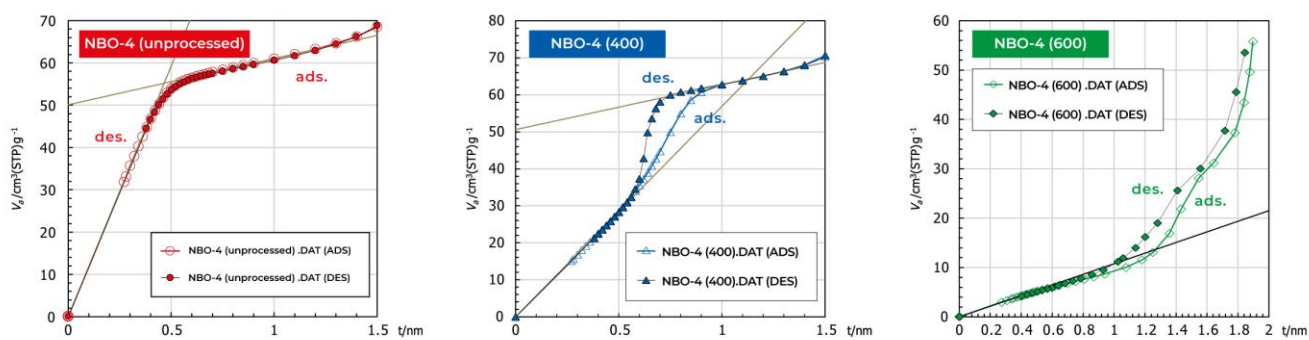


Рис. 2 t-plot (критерий: уравнение Харкинса-Джуря)

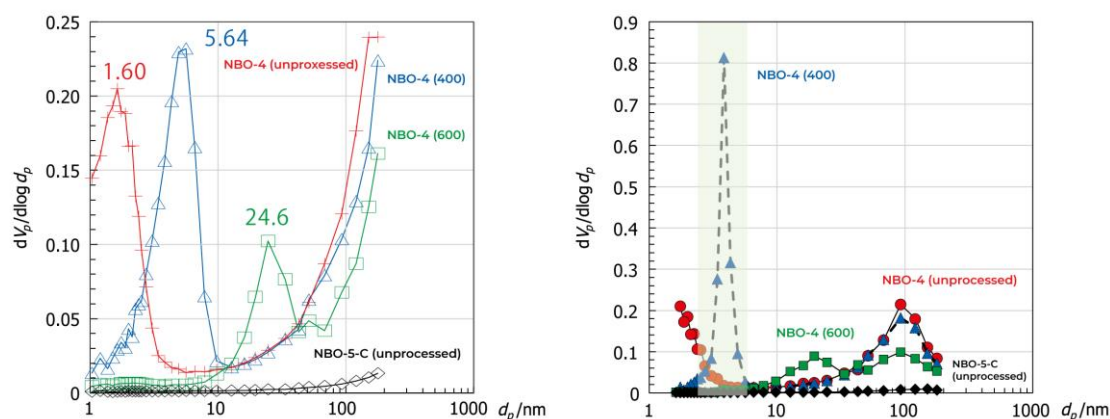


Рис. 3 ВЈН-график (слева: ветвь адсорбции, справа: ветвь десорбции)

Sample	BET method	t-Plot method (criteria: Harkins-Jura plots)				
	Specific surface area / $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$	Total surface area / $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$	Outer surface area / $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$	Pore volume / $\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$	Pore diameter (2t) / nm	True density / $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$
NBO-4(unprocessed)	181	180	16.8	0.077	0.94	2.7
NBO-4 (400)	89.2	87.7	18.8	0.078	–	4.1
NBO-4 (600)	16.5	16.7	–	–	–	5.1
NBO-5-C (unprocessed)	1.71	1.68	–	–	–	7.7

Таблица 1 Результаты оценки структуры NBO-4 и NBO-5-C

Обсуждение

Согласно результатам измерения изотермы адсорбции ($\text{N}_2/77\text{K}$), NBO-4 (необработанный) показал изотерму I+IV типа, NBO-4 (400) и NBO-4 (600) показали изотерму IV типа, а NBO-5-C (необработанный) показал изотерму II типа изотерма (рис. 1). Это указывает на то, что NBO-4 (необработанный) обладает микропорами и мезомикропорами, NBO-4 (400) и NBO-4 (600) обладают мезомакропорами, а NBO-5-C (необработанный) не имеет пор.

Общая площадь поверхности, площадь внешней поверхности и объем пор оценивались методами BET и t-plot (рис. 2), как показано в таблице 1.

Определение ветвей адсорбции / удаления этих изотерм с помощью t-графика выявило начало изгиба (типичного для материалов, содержащих микропоры) в NBO-4 (необработанный), капиллярную конденсацию в ветви адсорбции NBO-4 (400) и пустотелость с относительным давлением 0,42 в ветви десорбции образца NBO-4 (400). Эти результаты указывают на то, что пик диаметра пор в районе 2 нм в пределах распределения пор от ветви десорбции является так называемым ложным пиком (рис. 3, пунктирная линия). Кроме того, поскольку в NBO-4 (600) наблюдалась капиллярная конденсация адсорбирующей/десорбирующей ветви, в спорах по-видимому, имеются неровности. Если распределение пор по размерам (рис. 3) проанализировать методом ВЈН (критерий t-кривой Харкинса-Юри), то заметно, что пик размера пор около 1,6 нм постепенно смещается в сторону большего размера пор по мере повышения температуры спекания. То есть, вероятно, это можно объяснить разрушением микропор и образованием мезопор в результате спекания частиц, составляющих образца NBO-4 (необработанный). Это отражается в уменьшении удельной площади поверхности (измеренной с помощью BET) и увеличении истинной плотности после повышения температуры спекания.

Образцы предоставлены Эталонной группой катализаторов Японского общества катализа

Для получения дополнительной информации, пожалуйста, свяжитесь с нами по адресу:

www.microtrac.com