



ANALISADOR DE ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA BET E TAMANHO DE POROS

BELSORP MINI X

Para caracterização fácil, rápida e altamente precisa de materiais porosos

As características destacadas do Microtrac BELSORP MINI X resultam em resultados com excelente repetibilidade, com tempos de medição significativamente reduzidos. O Mini X é equipado com até 4 posições de medida e novas funções para alta produtividade inclusive controle de múltiplas unidades.

O BELSORP MINI X é meticulosamente desenhado para medir área superficial específica, distribuição de tamanho de poros e volume de poros com precisão extremamente boa. Equipado com sensores de pressão dedicados para cada posição de medida e uma posição dedicada para pressão de vapor saturada, permite medidas simultâneas completamente independentes. O novo software de operação melhora a produtividade do usuário alinhando os procedimentos de medida com instruções passo a passo no software, visualizando o progresso da análise e enviando os resultados via e-mail. Dependendo da quantidade de amostras, versões com 3 ou 4 posições de medida são oferecidas. Adicionalmente, o software novo de análise (BELMASTER™) permite a avaliação de estruturas de uma gama de materiais mais ampla que nunca.

REPRODUTIBILIDADE EM NÍVEL SUPERIOR

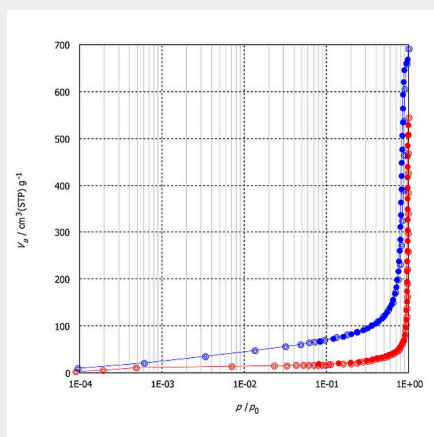
- | Até quatro posições de medida independentes e uma posição dedicada para medidas de pressão de vapor saturada.
- | O menor e mais leve do mundo
- | Reprodutibilidade imbatível através da patenteada tecnologia AFSM™
- | Isotermas de adsorção de gás & medidas de adsorção NET via AFSM™2 sem necessidade de gás He
- | Métodos múltiplos de medida: Modos de alta precisão, amostras múltiplas, e medidas rápidas de BET para atender à sua demanda
- | Transdutor de pressão dedicado para cada posição
- | Controle simultâneo de até 20 posições de medida via multi-device control (5 unidades)
- | Curtos tempos de análise com otimização da dosagem de gás (GDO)
- | IoT: Monitoramento de processo através de sistema de notificação por e-mail
- | Análise de micro-poros opcional através do método "molecular probe"
- | Compatibilidade com FDA 21 CFR Part 11 opcional



ANALISADOR DE ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA BET E TAMANHO DE POROS BELSORP MINI X

CARACTERÍSTICAS PRINCIPAIS

Áreas superficiais específicas de BET de $0,01 \text{ m}^2/\text{g} \sim (\text{N}_2)$ e distribuição de tamanho de poros de $0,7 \sim 500 \text{ nm}$ (opção: $0,35 \sim 500 \text{ nm}$ pelo método de sonda molecular).



Medidas simultâneas de múltiplas amostras

Até 4 amostras podem ser analisadas simultaneamente, reduzindo o tempo de análise para múltiplas amostras significativamente.

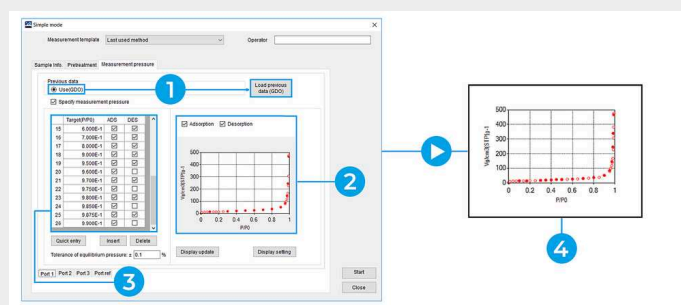
Múltiplas opções de medição

Este instrumento reúne medições altamente precisas com vários modos de alto rendimento (p. ex., modo Quick BET, Otimização de Dosagem de Gás). Pode ser usado de forma flexível, dependendo das necessidades do cliente, enquanto as instruções passo a passo integradas facilitam o uso, mesmo para usuários inexperientes.

Fácil de usar: Configuração simples de software de medição

O BELSORP MINI X é um sistema de medição totalmente automático que permite ao usuário definir facilmente as condições de medição usando o Modo Simples. Este modo permite medições precisas com informações mínimas da amostra (p. ex., condições de pré-tratamento e faixa de medição). Isso é particularmente útil para materiais desconhecidos. Configurações de medição detalhadas podem ser definidas por usuários experientes no modo Profissional. Este sistema permite que qualquer pessoa obtenha facilmente resultados precisos de medição.

Gas Dosing Optimization (GDO) A função de Otimização de Dosagem de Gás (GDO) calcula a dosagem ótima de gás de resultados anteriores de medição. Esta função pode reduzir os tempos de análise significativamente.

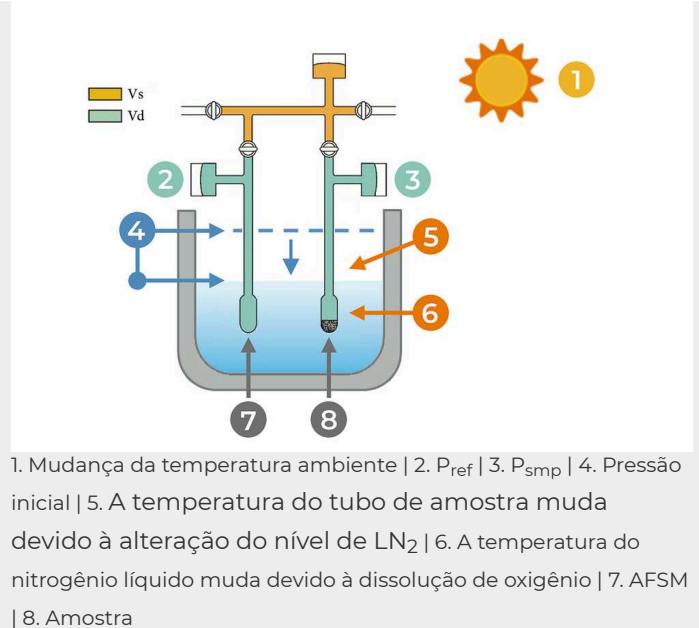


1. Carregar uma isoterma existente | 2. Exibição da isoterma esperada | 3. Entrada da faixa de medição | 4. Otimização automática de condições, como o volume de introdução de gás. |

Medida inovativa de "espaço livre" para máxima precisão (AFSM™) O controle rigoroso do nível dos meios de refrigeração (p.e. nitrogênio ou argon líquido) não é necessário com o BELSORP Mini X. Em vez disso, implementamos o nosso método pioneiro de medição contínua do volume livre: O patenteado Advanced Free Space Measurement (AFSM™). Este método alcança o maior nível de reprodutibilidade usando um porta-amostra de referência para acompanhar a mudança de volume livre em tempo real. Num primeiro momento, o equipamento determina o volume livre da célula de referência e da célula da amostra. Em seguida, enquanto a análise procede, qualquer mudança no volume livre terá o efeito igual nas duas células. Assim, alterações no volume livre podem ser compensadas através da célula de referência. Exemplos de causas para flutuação do volume livre são:

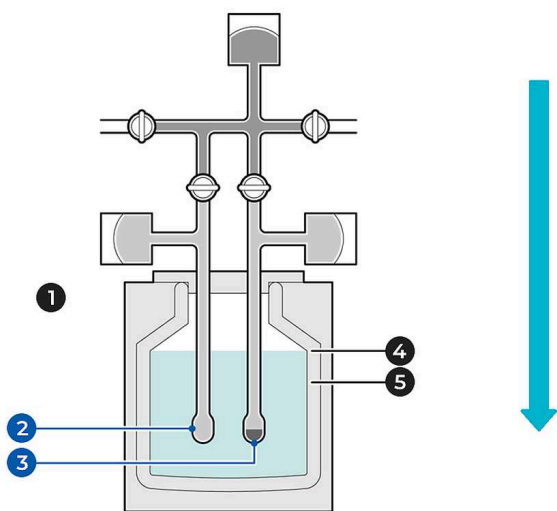
- | Mudança de nível de nitrogênio líquido (LN₂)
- | Mudança de pressão atmosférica e temperatura
- | Mudança na temperatura do meio de refrigeração por causa de solução de oxigênio

Com esta tecnologia superior, os efeitos do ambiente não considerados anteriormente podem ser compensados. Para mais informação, consulte o nosso banco de dados de conhecimento.



Medidas de adsorção sem uso do gás Hélio (AFSM™2)

Num primeiro passo, o volume livre de células de referência e amostra (branco) é determinado usando o gás de adsorção na temperatura adequada de adsorção. Em seguida, as medidas de adsorção podem ser executadas usando as duas células sem gás de hélio. Nas mesmas condições de medida, os resultados podem ser obtidos em tempo menor, porque as mudanças de volume livre são iguais para ambas as células. Não precisa de procedimentos demorados para manter o nível de nitrogênio líquido constante entre a medida do branco e a medida da adsorção do volume livre.



1. Célula de referência para medir flutuações dentro do espaço livre continuamente | 2. Célula de referência | 3. Célula de amostra | 4. Líquido nível 1 | 5. Líquido nível 2

AFSM (Método baseado em He)

1. **Exaustão da amostra**
2. Medição do espaço livre (@temperatura ambiente) com amostra
3. Exaustão da amostra
4. **Introdução de gás no tubo de referência, tubo p_0**
5. Medição do espaço livre (@temperatura de adsorção) com amostra
6. Exaustão da amostra
7. **Medição de adsorção, aquisição da mudança do espaço livre**
8. **Exaustão da amostra**
9. **Purga**

AFSM2 (Método livre de He): Passo 1 --> 4 --> 7 --> 8 --> 9

Compacto & Leve

Através da otimização dos componentes foi possível construir um equipamento compacto e com peso leve.

Pré-tratamento de amostra na porta de medição

Para uma determinação acurada de adsorção, o pré-tratamento das amostras é necessário. O procedimento de pré-tratamento (também chamado processo de ativação) é normalmente feito aplicando vácuo e calor para remover qualquer gás adsorvido e/ou água da superfície do material sem afetar a estrutura da amostra (evitar denaturação). Microtrac oferece duas opções para pré-tratamento de amostras. Normalmente preferida por causa do aumento de produtividade é a preparação externa nas estações de tratamento BELPREP VAC II ou III. Como alternativa, a ativação pode ser feita diretamente na posição de medida do BELSORP MINI X usando um aquecedor (veja lista de acessórios). Usando o aquecedor, a transferência da estação externa para o equipamento é eliminada, o que é uma opção importante para amostras sensíveis (p.e. hidrofílicas).

Análise de dados O software de análise BELMASTER oferece uma interface intuitiva e potente para a avaliação básica e avançada de dados, desde a visualização simples de isotermas de adsorção/desorção ou a determinação da área superficial específica usando os métodos de Langmuir ou BET até avaliações mais complexas como a do volume de poros aplicando o método t-plot ou aS, análises de meso-poros com os métodos DH e BJH, de micro-poros com os métodos HK ou SF, ou análises via GCMC / NLDFT, entre muitos outros.

ANALISADOR DE ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA BET E TAMANHO DE POROS BELSORP MINI X

BELCONTROL: NOVO SOFTWARE DE OPERAÇÃO

A versatilidade dos equipamentos BELSORP é verdadeiramente líder mundial. Os numerosos recursos e capacidades são complementados pelo BELCONTROL, o software de operação intuitivo e fácil de usar. Ele orienta o usuário passo a passo através do processo de análise. Isso inclui a configuração das condições de análise, a execução das medições, quando encher e configurar o nitrogênio líquido ou outro banho, quando substituir o cilindro de gás, as etapas de desgaseificação e muito mais. O software foi projetado para tornar o instrumento acessível e operável para todos, inclusive usuários inexperientes.

Para usuários inexperientes ou para medições de amostras desconhecidas, o BELCONTROL requer apenas informações básicas da amostra (nome, massa etc.), condições de pré-tratamento (se não for realizado externamente) e faixa de medição.

O controle detalhado das definições de configuração e medição é possível para otimizar as condições de medição (por exemplo, configurações de dosagem, critérios de equilíbrio, opção de teste de vazamento etc.). Isso permite ao usuário personalizar totalmente a análise da amostra de acordo com suas necessidades.

BELCONTROL

Quick BET	sim	Área superficial de BET multiponto em menos de 20 minutos
Medição sem hélio	sim	AFSM TM 2 permite medições livres de He com precisão incomparável
Cinética de adsorção	opcional	Taxa de medições de adsorção para análise de difusão

MAIS RECURSOS BELCONTROL

- | Sobreposição de isotermas de adsorção/dessorção e comparação dos dados medidos entre as várias portas durante a medição
- | Todas as pressões, temperaturas, atuações de válvula etc. são armazenadas em dados de tendência, permitindo exame imediato
- | Uma função de verificação do sistema está disponível para diagnosticar o status do instrumento
- | A notificação por e-mail transmite automaticamente o status e os resultados da medição
- | O programa interativo em japonês ou inglês garante uma operação fácil e confiável
- | Funções abrangentes de ajuda, incluindo instruções passo a passo durante a operação



ANALISADOR DE ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA BET E TAMANHO DE POROS BELSORP MINI X

ACESSÓRIOS E OPÇÕES

Microtrac oferece vários acessórios para toda a linha dos analisadores de adsorção de gás e vapor.

CONSUMÍVEIS CONVENCIONAIS



Os consumíveis padrão incluem células de amostra, hastes de enchimento, filtros, O-rings, tampas e plataformas de pesagem. Vários tamanhos de células de amostra, vedações rápidas e outros consumíveis opcionais também estão disponíveis.

BANHO DE ÁGUA



Troca o Dewar facilmente por um banho de água para temperaturas entre -10°C até +70°C. Um banho termostático é necessário adicionalmente.

AQUECEDOR



Pré-tratamento das amostras de 50°C até 450°C. Com esta opção as amostras podem ser tratadas diretamente na posição de medida, sem necessidade de transferência da amostra da estação de tratamento externo para o equipamento. Conveniente para amostras sensíveis (p.e. material hidrofílico).

SELETOR DE GÁS

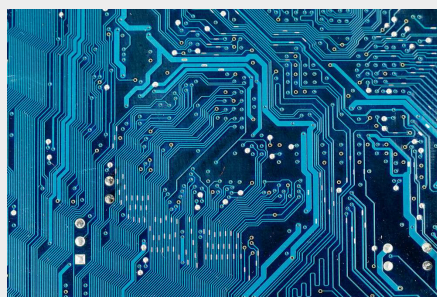


O seletor de gás permite a conexão de até 4 adsorventes simultaneamente (1 x hélio + 4 x adsorventes).

ANALISADOR DE ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA BET E TAMANHO DE POROS BELSORP MINI X

APLICAÇÕES TÍPICAS

Os analisadores de adsorção de gás da Microtrac são usados numa variedade de campos de aplicação. Eles incluem catalisadores, baterias, fibras, materiais poliméricos, zeólitas, células de combustível, produtos químicos, pigmentos, cosméticos, MOF/PCP, pós magnéticos, membranas de separação, filtros, tintas, cimentos, cerâmicas, semi-condutores, e muitos mais.



- | materiais de bateria
- | catalisadores
- | zeólito
- | cerâmica
- | carbono

- | componentes eletrônicos
- | Células de combustível
- | toner
- | cimento
- | Medicina / Farmácia

- | Sílica
- | MOF / PCP
- | pigmentos
- | cosméticos

... e muito mais!

Os princípios de medição de adsorção volumétrica são explicados em nossa base de conhecimento:

ANALISADOR DE ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA BET E TAMANHO DE POROS BELSORP MINI X

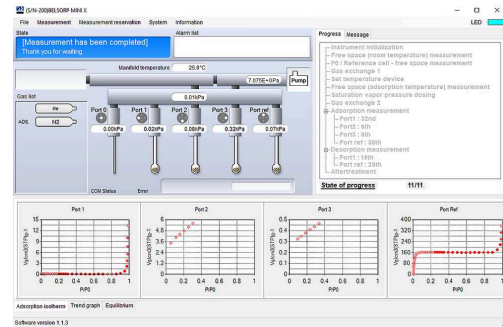
DADOS TÉCNICOS

Princípio de medição	Método volumétrico + AFSM™
Gás de adsorção	Nitrogênio (N ₂), Argônio (Ar), Metano (CH ₄), Etano (C ₂ H ₆), Dióxido de carbono (CO ₂), Hidrogênio (H ₂), n-Butano (n-C ₄ H ₁₀), iso-Butano (iso-C ₄ H ₁₀) e outros gases não-corrosivos
Entradas de gás	2 portas (5 portas max.)
Quantidade de medidas (modo de alta precisão)	Max. 4 portas simultaneamente (3 portas no modo de alta precisão)
Faixa de medição (área superficial específica)	0,01 m ² /g e acima (N ₂) (dependendo da densidade da amostra)
Distribuição de tamanho de poros (diâmetro)	0.7 - 500 nm, Opção: 0.35 nm possível com método molecular probe
Isotherma de baixa pressão	p/p ₀ = 10 ⁻⁴ (N ₂ @77K, Ar @87K)
Transdutor de pressão	133 kPa (1000 Torr) x 6 unidades
Válvula de vácuo / bomba	Bomba rotativa
Tubo de amostra	Tubo Standard, aprox. 1.8 cm ³ (opcional: 5 cm ³)
Vaso de Dewar	Volume: 2 l Tempo de retenção: 30 h
Aquecedor de pré-tratamento	50 - 450°C (4 portas)
Banho-maria	-10 - 70°C (4 portas)
Software analítico BELMaster™ 7	Adsorção isotérmica, área superficial específica BET tipo I (ISO 9277) autoanálise BET, área superficial específica de Langmuir, método BJH, DH, CI, INNES
Software analítico BELMaster™ 7 cont.	t-plot, NLDFT / GCMC (OP BELSim™), método MP, método de Dubinin-Astakhov, detector molecular, cf. parcela
Dimensões (L x A x P)	280 x 650 x 465 mm (sem bomba de vácuo e PC)
Peso	38 kg (sem bomba de vácuo e PC)
Utilidade - Gás	He, N ₂ (pureza de 99,999% ou mais), 0,1 +/- 0,02 Mpa, junta: 1/8" Swagelok Exaustão: saída da bomba rotativa exaustora: ø 11 mm
Utilidade - Potência	Monofásico, AC 100~240 V (50 / 60 Hz) / 10A (incl. R.P.), 50 / 60 Hz
Certificado CE	Sim
Monitor recomendado	Monitores Full HD

ANALISADOR DE ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA BET E TAMANHO DE POROS BELSORP MINI X

SOFTWARE DE OPERAÇÃO

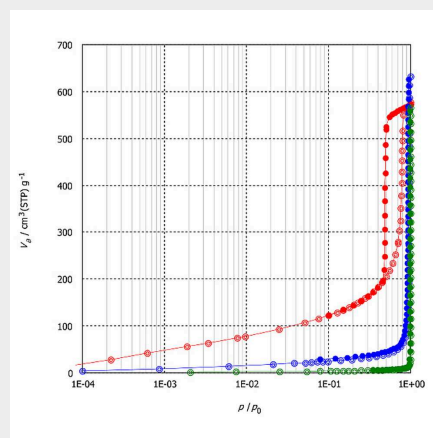
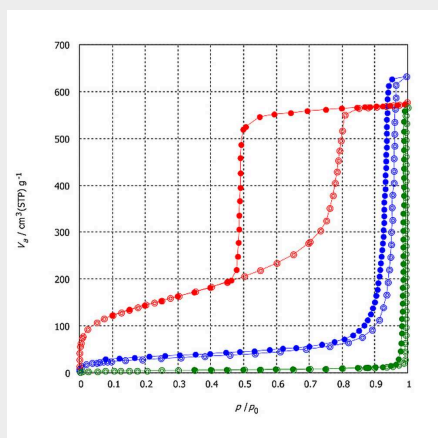
Ao desenvolver o software, concentramo-nos em simplificar as operações e equipá-lo com diversas funções para aumentar a produtividade do trabalho. Como os instrumentos BELSORP oferecem muitos recursos, é importante torná-los fáceis de usar. Nosso software irá guiá-lo passo a passo para a implementação de diversos procedimentos, ou seja, execução de medições, substituição de cilindros de gás e purga do manifold. As instruções passo a passo permitem que usuários de todos os níveis de experiência usem os máquinas com segurança e eficácia. Dependendo do nível de experiência do usuário, dois modos são oferecidos: Modo Simples e Modo Profissional. O Modo Simples permite uma operação fácil, diminuindo a capacidade de personalização da medição – as únicas informações necessárias são a identificação da amostra, a seleção das condições de pré-tratamento (ignoráveis se feitas externamente) e os pontos de medição. Esta medição de baixa manutenção é ideal para medir amostras desconhecidas. Se estiver disponível uma medição anterior com comportamento de sorção comparável, a função de Otimização de Dosagem de Gás (GDO) pode ser usada para reduzir o tempo de medição. O Modo Profissional oferece ao usuário uma configuração detalhada da medição, ou seja, configurações de dosagem, critérios de equilíbrio, opção de verificação de vazamentos e muito mais.



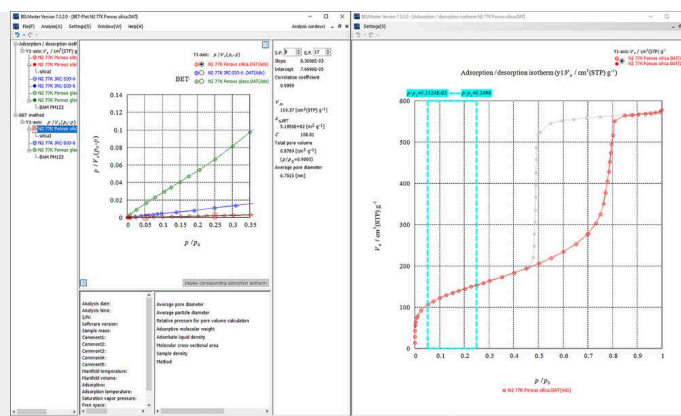
MEDIDAS DE ADSORÇÃO DE GÁS EM MATERIAIS POROSOS E NÃO-POROSOS: MOFS, ZEÓLITAS, CARBONOS, E OUTROS

SOFTWARE DE AVALIAÇÃO BELMASTER

A isoterma de sorção é definida como relação entre a quantidade adsorvida sobre um substrato e a pressão de equilíbrio do gás (adsorbato) - normalmente relacionado à pressão de vapor de saturação - em temperatura constante. A isoterma de adsorção de gás (p.e. nitrogênio) entrega informação sobre a área superficial específica, a distribuição de tamanho de poros e o volume de poros do material analisado. O seguinte gráfico mostra algumas isotermas típicas.



O termo área superficial específica (SSA) se refere à área superficial acessível de uma amostra e é de grande importância para processos de adsorção e reações catalíticas homogêneas e heterogêneas. A área superficial específica pode ser calculada de acordo com a ISO 9277 com o método BET (BET: Brunauer, Emmett and Teller) ou via o método de Langmuir. O gráfico seguinte mostra um exemplo para a avaliação da área superficial específica de acordo com o método BET no software BELMASTER:



Selecione a faixa correta de pressão (BET multipoint) ou um ponto de medida (BET single point) e a área superficial será calculada automaticamente. Além disso, BELMASTER software fornece o cálculo da área superficial BET de acordo com a ISO 9277 Annex C (também conhecido como Rouquerol-plot), que é recomendado para materiais micro-porosos.

A capacidade do BELSORP MINI X para analisar amostras de pequena área superficial com alta precisão e sem a necessidade de gás criptônio (não precisa de transdutor adicional de pressão ou controlador de temperatura criogênico), além do "método rápido BET" (Quick BET method) que permite aos usuários obterem área superficial específica BET (p.e. em três pontos) de 4 amostras em aprox. 15min, cementou a posição do BELSORP mini X como equipamento de classe superior. Distribuições de tamanho de poros de 0.7 nm (opcionalmente 0.35nm) até 500nm são obtidas através do software BELMASTER das isotermas determinadas experimentalmente.

PRECISÃO ALTÍSSIMA COM ÁREA SUPERFICIAL MUITO BAIXA

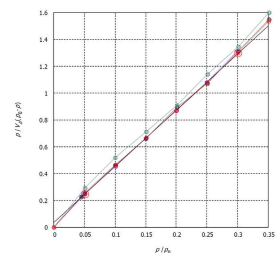
AFSM™

As seguintes medidas foram executadas usando o método patenteado Advanced Free Space Measurement (AFSM™). Este método possibilita alta reprodutibilidade usando uma célula de referência para acompanhar as mudanças no volume livre. O equipamento determina o volume livre inicial das células de referência e amostra. Como a mudança é igual nas duas células (condições de ambiente iguais), alterações podem ser acompanhadas continuamente através da mudança de pressão na célula de referência. Num ensaio, o material de referência certificado CRM-170 (alúmina alfa não-poroso; valor certificado da área superficial específica BET com nitrogênio SSA: $1.05 \pm 0.05 \text{ m}^2/\text{g}$) foi usado para verificar a acurácia da medida na faixa de áreas superficiais totais (TSA) muito baixas. Apesar da TSA ser reduzida de aprox. 2 m^2 até menos de 0.4 m^2 , o valor da área superficial específica (SSA) se manteve praticamente igual.

VANTAGENS DA TÉCNICA PATENTEADA AFSM

- Controle do nível de nitrogênio líquido é menos importante
- Melhora reprodutibilidade para área superficial e volume de poros
- Permite a determinação de isotermas de adsorção de material de pequena área superficial sem o uso de gás criptônio (a partir de 0.1 m^2 área superficial total)

Amostra	Ads.	Área superficial total no porta-amostra [m^2]	Quantidade de amostra [g]	SSA BET [m^2/g]*1	constante C
BCR-170_1	N ₂	~2 m^2	~1.94	1.03	114
BCR-170_2	N ₂	~1 m^2	~1.12	1.02	143
BCR-170_3	N ₂	~0.7 m^2	~0.75	1.03	101
BCR-170_4	N ₂	~0.4 m^2	~0.38	1.02	50

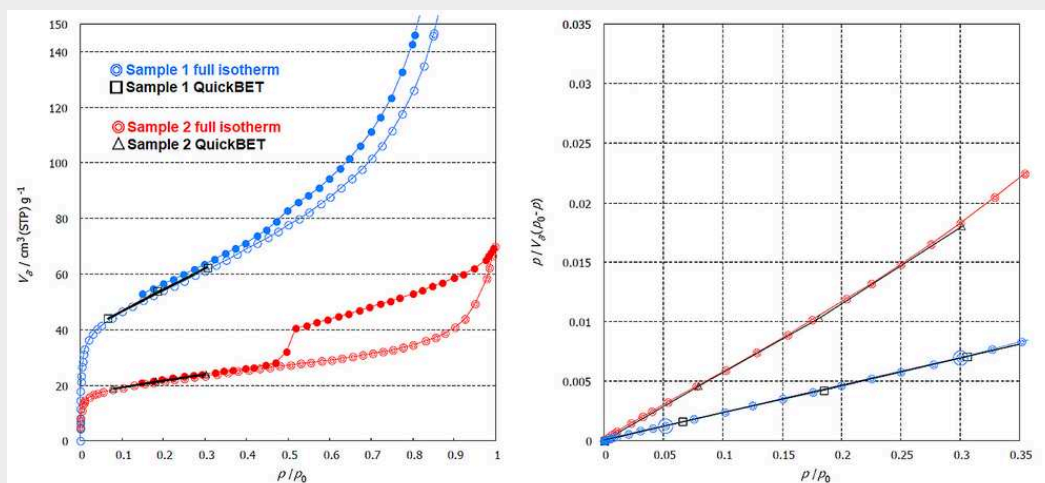


*Coeficiente de correlação 0.9995 ou maior

ANALISADOR DE ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA BET E TAMANHO DE POROS BELSORP MINI X

MODO QUICK BET

O modo Quick BET Mode pode ser usado para maximizar a produtividade para medidas de área superficial específica BET. Neste modo é possível determinar tres pontos de adsorção BET para quatro amostras em aprox. 15 minutos (a densidade da amostra tem que ser conhecida). Além disso, o modo Quick BET oferece dois tipos de determinação do volume livre: Primeiro, o input do volume livre economiza muito tempo. Uma vez determinado para a célula de medição, o arquivo do volume livre (extensão dvd) pode ser re-utilizado para medidas futuras Quick BET. Segundo, o volume livre pode ser determinado com a medida atual. A comparação das áreas superficiais BET da medida completa da isoterma (modo standard) e do modo rápido (Quick BET) mostramos nos gráficos e tabelas seguintes:



Amostra	Ads.	Multi-point BET SA [m²/g]		Single-point BET SA [m²/g]	
		Modo Standard	Quick BET	Modo Standard	Quick BET
1	N ₂	189.9	190.5	188.1	190.3
2	N ₂	75.7	77.4	74.7	75.7

*Multi-point BET na faixa de p/p_0 de 0.05 - 0.30, single-point BET em p/p_0 of 0.20

Os resultados obtidos no modo Standard através de multi-poin BET são considerados os mais acurados. As medidas de área superficial BET multi-ponto, em ponto único e através do Quick BET entregam resultados completamente compatíveis com o método standard, apesar do tempo de medida significativamente reduzido para aprox. 15min para tres amostras (multi-point BET). Este modo pode ser recomendado para otimizar a produtividade, p.e. no controle de qualidade.

ANALISADOR DE ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA BET E TAMANHO DE POROS BELSORP MINI X

PRINCÍPIO DE FUNCIONAMENTO

Análise da distribuição do tamanho dos poros utilizando os métodos NLDFT e GCMC

Os cálculos clássicos de distribuições de tamanho de poros (PSD) são os métodos de INNES (formato de fenda) e os métodos BJH, DH, CI (formato de cilindro), que avaliam meso-poros na base da teoria de condensação capilar. Os métodos HK (fenda), SF (cilindro) e CY (gaiola) podem ser usados também para avaliar micro-poros baseado na teoria do potencial de adsorção. Os métodos DA e DR são comumente usados para a determinação do volume e estrutura de poros. Os métodos novos para cálculo de PSD e capacidade, NLDFT e GCMC, são aplicáveis numa faixa ampla de micro- até meso- ou até macro-poros), mais precisos e especificados na ISO15901-2.

Teoria	Superfície de interação e gás	Adsorbato
Método BJH, CI, DH, INNES	Equação de Kelvin (tensão superficial e ângulo de contato)	Densidade líquida aparente
Métodos HK (fenda), SF (cilindro) e CY (gaiola)	Potencial de Lennard-Jones (força de interação e repulsão)	Densidade líquida aparente
NLDFT, GCMC	Modelo termodinâmico estatístico	

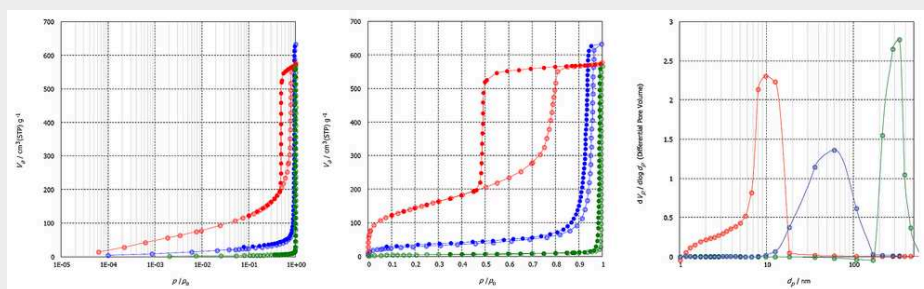
*¹ BELSORP MINI X é equipado com transdutores de pressão 1000 torr; isoterma começa de $\sim p/p_0$ de 1×10^{-4}

*² Opção: 0.35 nm possível com método "molecular probe"

Nos últimos anos houve um foco na avaliação de estrutura de poros usando simulações em computadores, como a análise moderna de distribuição de poros com os métodos NLDFT (Non-localized Density Functional Theory) e GCMC (Grand Canonical Monte Carlo), que se aplicam a micro- até macro-poros com uma única teoria. As distribuições obtidas aplicando métodos clássicos e modernos às mesmas isotermas de adsorção são diferentes. Até existem diferenças entre os métodos modernos, por que a pressão de preenchimento de resultante de cada teoria é diferente. Microtrac fornece métodos de avaliação cobrindo uma ampla faixa de tamanhos de poros e de adsorbatos, como N₂ (77.4 K), Ar (87.3 K), e CO₂ (298 K). Usamos NLDFT / GCMC kernels para poros em forma de fenda, cilindro e gaiola, com carbono e átomos superficiais de óxidos de metais, resultando na mais apropriada descrição de materiais porosos.

O software BELMASTER permite uma comparação fácil entre isotermas obtidas experimentalmente e simuladas, sendo a isoterma experimental a base de cálculo para PSD.

Na parte seguinte é dado um exemplo de cálculo da distribuição de tamanho de poros pelo método BJH:



www.microtrac.com/belsorp-mini-x