

Метод тепловой десорбции азота как способ контроля технологических режимов получения пористых материалов и наноструктур с высокой удельной поверхностью

Е. В. Мараева, А. В. Старцева

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ»,
Санкт-Петербург, Россия
тел: (812) 234-30-16, эл. почта: jenvmar@mail.ru

Пористые материалы имеют ряд несомненных преимуществ, делающих их незаменимыми во многих областях науки и техники, в том числе медицине, химической и электронной промышленности. Контроль параметров таких материалов – необходимое условие для создания эффективных приборов на их основе. Для этой цели используются различные физические эффекты. Несмотря на различия в функциональном назначении, общим фактором при исследовании таких материалов является необходимость анализа размеров пор и измерение удельной поверхности.

Для контроля свойств поверхности наноматериалов (помимо распространенных методов оптической, сканирующей зондовой микроскопии, растровой электронной микроскопии) используется метод тепловой десорбции азота, позволяющий исследовать процессы адсорбции-десорбции и оценивать величину удельной поверхности материалов и наноструктур.

Целью настоящей работы является рассмотрение процессов капиллярной конденсации в мезопорах, образующихся в процессе золь-гель синтеза материалов системы «диоксид олова – диоксид кремния» и исследование особенностей влияния условий формирования золь – гель системы на величину удельной поверхности образующихся ксерогелей. Пористые материалы на основе металлооксидных соединений перспективны в отношении газового анализа и водородной энергетики, применяются для повышения эффективности каталитических слоев в топливных элементах.

В качестве метода формирования нанокомпозитов системы «диоксид олова – диоксид кремния» в данной работе выбран золь-гель процесс, который в настоящее время является одним из наиболее удобных способов получения композиционных материалов с высокой степенью пористости [1, 2]. Оценка величины удельной поверхности и исследование процессов капиллярной конденсации

проводились с помощью прибора серии Сорби (ЗАО «МЕТА», г.Новосибирск), в котором реализуется явление физической адсорбции азота на исследуемом образце – адсорбенте. Для измерения объёма адсорбированного газа используется метод тепловой десорбции, а дальнейшее определение удельной поверхности проводится по методу Брунауэра, Эммета, Теллера.

Капиллярная конденсация может приводить к объемному заполнению мезопор жидкой фазой адсорбата при относительном давлении паров $P/P_0 < 1.0$ [3]. Необходимые условия капиллярной конденсации - наличие мезопор, смачиваемость их стенок адсорбированной фазой, температура сорбции ниже критической. Капиллярная конденсация возможна в обратимой и необратимой формах, их различие в том, что необратимая капиллярная конденсация сопровождается гистерезисом, причем десорбционная ветвь всегда проходит выше адсорбционной. Анализ полной изотермы адсорбции даёт возможность получить информацию о распределении пор по размерам в исследуемом образце.

В ходе данной работы были получены и исследованы образцы ксерогелей в системе «диоксид олова – диоксид кремния», изучены особенности влияния состава золь-гель системы и условий золь-гель синтеза (типа растворителя, температуры отжига, уровня кислотности среды) на величину удельной поверхности образцов. Полученные результаты позволяют оптимизировать условия получения ксерогелей с максимальной удельной поверхностью в системе «диоксид олова – диоксид кремния».

Авторы выражают искреннюю благодарность своему научному руководителю проф. В. А. Мошникову (каф. микроэлектроники СПбГЭТУ), а также сотрудникам ЗАО «МЕТА» А. А. Чугуну и А.М Веретельникову за консультативную помощь. Работа проводилась при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России».

Литература

1. А.И.Максимов и др. Основы золь-гель технологии нанокompозитов. 2-е издание. СПб.: ООО «Техномедиа»: Изд-во «Элмор», 2008.
2. И. Е. Грачева, А. И. Максимов, В. А. Мошников, О. Ф. Луцкая. Известия государственного электротехнического университета. Сер. Физика твердого тела и электроника. 2, (2006).
3. А. П. Карнаузов, Адсорбция. Текстура дисперсных и пористых материалов, Наука, Новосибирск, (1999).