

**Protocole**  
**Accelerated Surface Area and Porosimetry analyzer (ASAP)**  
**Isotherme d'adsorption/désorption - Porosimétrie**

### **1. Méthode**

L'appareil de mesure d'isothermes d'adsorption/désorption ASAP 2010 (Accelerated Surface Area and Porosimetry System) permet des mesures de surfaces spécifiques avec une très grande précision, ainsi que des mesures de porosimétrie. Il est basé sur le principe d'adsorption physique d'un gaz, l'azote étant le gaz utilisé pour des mesures standard. Plus précisément, sont mesurés les surfaces spécifiques par les modèles Brunauer, Emmett and Teller (modèle BET) ou Langmuir, la taille et le volume des pores, la distribution des pores par la méthode BJH, et l'analyse des microporosités.

### **2. Equipement**

- Instrument: Micromeritics ASAP 2010 (<http://www.micromeritics.com>);
- Balance analytique (précision 0.1 [mg]);
- Spatule pour les échantillons de poudre;
- Tube de test adapté à l'instrument;
- Tige en verre, introduite à l'intérieur du tube pour diminuer le volume de gaz;
- Bouchon pour le tube de test.

### **3. Protocole**

La mesure complète d'une isotherme d'adsorption/désorption pour un échantillon doit être planifiée sur 2 jours.

#### Dégazage du tube: 1 heure

- Placer la tige en verre *avec précaution* dans le tube de test vide. Fermer celui-ci avec un bouchon spécifique pour cet appareil;
- Installer l'ensemble sur la partie de dégazage de l'appareil (choisir la position: left ou right);
- Placer le sac pour le chauffage au bas du tube;
- Pour démarrer le dégazage : presser le bouton "Load" sur le clavier, puis "Left ou Right" en fonction de la position choisie, puis "Begin";
- Choisir la température, en fonction de la nature de l'échantillon. Pour les céramiques, la température standard est 200 °C. Pour un échantillon inconnu, la température de séchage doit être déterminée par une analyse TGA;
- Démarrer le chauffage en appuyant sur le bouton "Enable heating";
- Choisir le vide (en réalité, la vitesse à laquelle le vide s'effectue). Pour des poudres volatiles (densité apparente < 0.5), choisir 200 ou 300 mmHg maximum. Pour des poudres plus denses, choisir 500 ou 600 mmHg.

### Arrêter le dégazage

- Après environ une heure de dégazage du tube vide, presser le bouton “Check” sur le clavier, puis “Left ou Right” en fonction de la position du tube, et enfin “Begin”. Si on n’observe aucune variation de pression dans la fenêtre “Vacuum”, le system est prêt;
- Pour arrêter le chauffage, appuyer sur “Begin”, puis “Enable heating”. Enlever le sac pour le chauffage placé au bas du tube;
- Pour arrêter le dégazage, appuyer sur “Unload” puis “Left ou Right” en fonction de la position du tube, et enfin “Begin”;
- Laisser le tube refroidir pendant 10 minutes.

### Introduction de l'échantillon

- Enlever le tube de l'appareil;
- Au moyen de la balance analytique (précision de 0.1 [mg]), peser le tube de test vide avec son support, la tige en verre et le bouchon. Noter soigneusement le résultat  $W_T$  [g];
- Enlever le bouchon, et la tige en verre *avec précaution*;
- A l'aide de la spatule, ajouter une quantité suffisante de poudre dans le tube de test (la surface totale doit être comprise entre 10 et 20 [m<sup>2</sup>]);
- Replacer la tige en verre à l'intérieur du tube, et fermer celui-ci avec son bouchon;
- Installer l'ensemble sur la partie de dégazage de l'appareil (choisir la position comme précédemment: left ou right);
- Placer le sac pour le chauffage au bas du tube.

### Dégazage de l'échantillon: 16 heures

- Presser le bouton “Load” sur le clavier, puis “Left ou Right” en fonction de la position du tube, puis “Begin”;
- Démarrer le chauffage en appuyant sur le bouton “Enable heating”.

Après une heure, vérifier que la led “Ready” est allumée. Si ce n'est pas le cas, cela signifie que le vide n'est pas bon, l'échantillon ne peut pas être dégazé facilement.

Si la led “Error” est allumée, arrêter le dégazage, replacer le tube correctement, et recommencer la procédure.

### Arrêter le dégazage

- Après 16 heures (minimum) de dégazage de l'échantillon, presser le bouton “Check” sur le clavier, puis “Left ou Right” en fonction de la position du tube, et enfin “Begin”. Si on n’observe aucune variation de pression dans la fenêtre “Vacuum”, le system est prêt pour l'analyse;
- Pour arrêter le chauffage, appuyer sur “Begin”, puis “Enable heating”. Enlever le sac pour le chauffage placé au bas du tube;
- Pour arrêter le dégazage, appuyer sur “Unload” puis “Left ou Right” en fonction de la position du tube, et enfin “Begin”;
- Laisser le tube refroidir pendant 10 minutes.

### Démarrer la mesure

- Enlever le tube de l'appareil;
- Au moyen de la balance analytique (précision de 0.1 [mg]), peser le tube de test avec son support, la tige en verre et son bouchon. Noter soigneusement le résultat  $W_C$  [g];
- La masse de poudre à insérer dans le programme de mesure peut être calculée à partir de:

$$W_P = W_C - W_T [g]$$

- Placer l'enveloppe de protection blanche autour du tube. Placer l'ensemble sur l'appareil, à l'emplacement de l'analyse;
- Remplir les 2 Dewars avec l'azote liquide ; ***travailler avec des gants et des lunettes de sécurité***. Contrôler le niveau d'azote;
- Placer les Dewars sur les plateformes dédiées. Placer les éponges de protection (pour éviter l'évaporation de l'azote liquide) sur le dessus.
  
- Ouvrir le programme
- Aller à "File/Open/***Sample information***"
- Choisir son dossier dans la liste, fenêtre de droite à l'écran
- Choisir un nouveau nom pour l'analyse dans "File name", presser OK, et Yes
- Ajouter des informations complémentaires dans Sample, Operator, Submitter
- Introduire la valeur de  $W_P$  dans "Sample weight"
- Aller au menu ***Analysis conditions***
- Cliquer sur "Replace", et choisir dans la liste "Powders.anc Porous powders"
- Aller au menu ***Adsorptive properties***, et contrôler que Nitrogen est sélectionné
- Aller au menu ***Report options***
- Cliquer sur "Replace", et choisir dans la liste "ltpstand1.rpo pore size analys-1"
- Cliquer sur OK, Save, et Close
  
- Aller à "Analyse"
- Sélectionner "Report after analyse"
- Choisir Screen dans la fenêtre Destination
- Sélectionner l'analyse dans "filename", puis OK; la mesure démarre, elle dure environ 12 heures.

Remarque: dès qu'un échantillon est en train d'être mesuré, un nouveau tube peut être placé sur le stand de dégazage.

- Une fois la mesure terminée et enregistrée, sortir la poudre du tube de test, laver le tube à l'eau en utilisant le bain ultrasonique, le rincer à l'éthanol et le sécher à 60 [°C] dans le four.

#### 4. Présentation des résultats, stockage des données, traitement des données

Exporter les résultats

- Aller à “Report/Start report”
- Choisir “File” dans la fenêtre Destination
- Choisir son dossier, et le fichier d’analyse. Cliquer sur OK, et sauver comme [Powder-Lotn°-ASAP-Experimentn°-Operator.rpt](#)
- Ouvrir ce fichier. Ouvrir File/Printer setup, et choisir PdfCreator. Le sauver comme [Powder-Lotn°-ASAP-Experimentn°-Operator.pdf](#).

Stocker les données

- Copier le PDF et le fichier RPT.
- Aller à \\Ltpc40\powderfiles. Copier le dossier *Powderfiles*. Le coller dans le dossier correspondant à votre projet, et le renommer comme [Powder-Lotn°](#)
- Coller les fichiers RPT et PDF respectivement dans les dossiers [Project/Powder-Lotn°/ASAP/Data and PDF](#).

Traitement des données

- Aller à \\Ltpc40\powderfiles. Dans le dossier [Project/Powder-Lotn°](#), ouvrir la feuille Excel “Powdersheet.xls”
- Cliquer sur le bouton *ASAP*, et suivre les instructions données dans la feuille Excel.