

## Protocole Mesure de surface spécifique (méthode BET)

### 1. Méthode

La surface spécifique d'une poudre est estimée à partir de la quantité d'azote adsorbée en relation avec sa pression à la température d'ébullition de l'azote liquide et sous une pression atmosphérique normale. Les informations sont interprétées selon le modèle de Brunauer, Emmett et Teller (méthode BET).

### 2. Equipment

- Instrument: Gemini 2375 de Micromeritics;
- Stand de conditionnement d'échantillons Micromeritics FlowPrep 060, réglée à une température adaptée à la nature de l'échantillon. (attention, elle est par défaut fixée à 200 [°C]);
- Balance d'analyse (précision de 0.1 [mg]);
- Spatule les échantillons de poudre;
- Tube de test adapté à l'instrument ;
- Bouchon pour le tube de test;
- Support pour le tube de test.

### 3. Protocole

#### Préparation des échantillons

- S'il s'agit des premières mesures de la journée, placer 3 tubes de test vides (avec leur bouchon) dans l'appareil de conditionnement d'échantillons sous flux de gaz et les laisser sécher sous un flux d'azote pendant 1 [h] ou jusqu'à un poids constant. Sortir les tubes du four et les laisser refroidir durant 5 [min]. Un tube de test sera utilisé pour l'analyse et les deux autres pour calibrer le  $P_0$ ;
- Au moyen de la balance analytique (précision de 0.1 [mg]), peser un tube de test vide avec son support et son bouchon. Noter soigneusement le résultat  $W_T$  [g];
- A l'aide de la spatule ajouter une quantité suffisante de poudre dans le tube de test. (la surface totale devrait être comprise entre 5 et 10 [m<sup>2</sup>]);
- Peser le tube de test contenant la poudre avec son support et son bouchon (précision de 0.1 [mg]). Noter soigneusement le résultat  $W_B$  [g];
- Placer le tube de test avec son bouchon posé sur le tube sur le stand de conditionnement d'échantillons avec flux de gaz pour la durée nécessaire en fonction de la nature de l'échantillon. Sortir le tube de test du four et le laisser refroidir 5 [min]. Placer le tube de test (avec bouchon) sur son support et peser (précision de 0.1 [mg]). Noter soigneusement le résultat  $W_C$  [g];
- La masse de poudre à insérer dans le système de mesure peut être calculée à partir de :

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

#### Opérations

- Lorsque l'échantillon est en train de sécher et d'être dégazé dans le stand de conditionnement d'échantillons, placer les deux autres tubes de test sur l'installation afin de procéder au  $P_0$  (mesure de la pression de saturation) ;

- Remplir le Dewar avec de l'azote et le placer sur la plateforme au dessous des deux tubes de test;
- Appuyer sur le bouton blanc du clavier (2<sup>ème</sup> fonction) puis "P<sub>0</sub>." et enfin "Enter" – la calibration prend environ 10-15 [min]; P<sub>0</sub> est automatiquement enregistré.
- Remplacer le tube de test à droite sur l'instrument par le tube de test contenant l'échantillon;
- Contrôler le niveau d'azote dans le Dewar et si nécessaire ajouter de l'azote au Dewar;
- Appuyer sur le bouton blanc du clavier (2<sup>ème</sup> fonction) puis "Analyse/4<sup>1</sup>" et enfin "Enter"
  - o "Sample ID": taper le numéro de l'échantillon puis appuyer sur "Enter";
  - o "Mass": taper la masse W<sub>P</sub> puis appuyer sur "Enter";
  - o "Saturation pressure 738.52 mmHg" appuyer sur "Enter";
  - o "Evacuation rate 50mmHg/min 50mmHg/min" appuyer sur "Enter";<sup>2</sup>
  - o Appuyer sur "Enter" pour commencer;
  - o Une mesure standard prend entre 50 et 60 [min].
- Lorsque la mesure a commencé, ouvrir "Gemini.ht" à l'ordinateur.
  - o Ouvrir le menu "Transfert", sélectionner "Capturer le texte", puis avec Browse, sélectionner le dossier dans lequel sera enregistrée la mesure. Nommer l'échantillon [Powder-Lotn°-BET-Experimentn°-Operator.txt](#), puis OK.
  - o Lorsque la mesure est terminée, ouvrir le menu "Transfert", sélectionner "Capturer le texte", et "Arrêter".
- 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

Stocker les données

- Copier le fichier [Powder-Lotn°-BET-Experimentn°-Operator.txt](#).
- Aller à \\Ltpc40\powderfiles. Copier le dossier *Powderfiles*. Le coller dans le dossier correspondant à votre projet, et le renommer comme [Powder-Lotn°](#).
- Coller le fichier TXT dans le dossier [Project/Powder-Lotn°/BET/Data](#).

Traitement des données

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

---

<sup>1</sup> Choisir les paramètres du programme pour les mesures: gamme de P/P<sub>0</sub> + paramètres pour la collecte de données + mode du BET (voir 6. N<sub>2</sub> adsorption programme).

<sup>2</sup> Le taux d'évacuation peut être modifié en fonction de la taille des particules et du degré d'agglomération. Pour les poudres avec des densités apparentes <0.5, il est possible que le taux d'évacuation doive être réduit afin d'empêcher le transfert de la poudre vers le système sous vide. Pour les poudres avec des densités apparente de >1.5 le taux d'évacuation peut être augmenté.

## 5. Calcul du $d_{\text{BET}}$

Le  $d_{\text{BET}}$  est un diamètre moyen en surface calculé à partir de la mesure de la zone de surface spécifique et supposant que toutes les particules soient sphériques et monodisperses.

Il est calculé en utilisant la formule  $d_{\text{BET}} [\mu\text{m}] = 6 / (S \times \rho)$

avec  $S$  = surface spécifique BET [ $\text{m}^2/\text{g}$ ] et  $\rho$  = densité théorique [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]

## 6. $\text{N}_2$ adsorption programme

5 points BET-standard = programme 1

Analysis conditions		H and J parameter 3:	0.333
Evacuation time:	1	Minimum thickness:	3.5
Free space:	Measure	Maximum thickness:	5
Sample density:	1	Area Correction:	1
Pressure table?	Replace	Total Pore volume?	None
First rel. pressure:	0.05	Report BJH?	No
Last rel. pressure:	0.3	Minimum diameter:	17
Number of points:	5	Maximum diameter:	3000
Adsorb pressure 1:	0.05	Report isotherm?	Adsorption
Adsorb pressure 2:	0.1125	Thickness curve?	Hasley
Adsorb pressure 3:	0.175	Halsey parameter 1:	3.54
Adsorb pressure 4:	0.2375	Halsey parameter 2:	5
Adsorb pressure 5:	0.3	Halsey parameter 3:	0.333
		Molecular area:	0.0015468
Number of points:	0	Density conversion:	0.0015468
		Non ideality:	5
Analysis mode?	Equilibrate		
Equilibration time:	5	Data transmission	
Scan rate:	10	Baud rate?	9600
		Data bits?	8
Report options		Stop bits?	1
Report destination?	printer	Parity?	None
Transmission format?	Spreadsheet	Xon/Xoff protocol?	Diabled
Area points from:	0.04		
Area points to:	0.31	System options	
Report BET multi-pt?	Yes	Language?	English
Report Langmuir?	No	ID for Setup 1:	
Report BET 1-pt?	No	Instrument ID:	3691
Report t-method?	No	Date (DD/MM/YY):	date
t-method range from:	0	Time (HH:MM:SS):	time
t-method range to:	0.7	Request sample ID?	Yes
Thickness curve?	Harkins & Jura	Request sample wt?	Yes
		Request sat. prs.?	Yes
H and J parameter 1:	13.99	Volume correction:	0
H and J parameter 2:	0.034		