

Service 8 de la PAC

Analyses texturales & granulométriques, propriétés de surfaces

Bâtiment Recherche Balard / PAC / Pièce RJPA 01

Contacts

Responsable Technique

Nicolas Donzel / nicolas.donzel@umontpellier.fr / 04 48 79 20 30 / bureau N2F02

Joris Vezzani / joris.vezzani@enscm.fr / 04 48 79 20 87 / bureau N4J03

Responsable Scientifique

Philippe Trens / philippe.trens@enscm.fr / 04 48 79 20 02 / bureau N3G02

Gestionnaire

Jennifer Estrach / jennifer.estrach@umontpellier.fr / 04 48 79 22 13 / bureau RJLG09

Pour les questions plus générales

balard-pac@umontpellier.fr

Pour le plateau Technique ICGM

benedicte.prelot@umontpellier.fr

La volumétrie d'adsorption de gaz

La volumétrie d'adsorption est une méthode d'analyse texturale non destructive qui permet de mesurer les caractéristiques texturales de matériaux. Il s'agit de la surface spécifique, de tailles de pores, le cas échéant et de la distribution de tailles de pores. Le service Analyse Texturale met en œuvre différents gaz, le plus courant étant le diazote. On peut également utiliser d'autres gaz tels que le dioxyde de carbone ou encore des gaz nobles tels que le krypton ou l'argon.

La PAC possède une plateforme instrumentale complète permettant de réaliser des prestations allant de mesures de routine aux études de caractérisation avancées.

Équipements



L'appareillage de volumétrie d'adsorption 3Flex (Micromeritics, USA) permet de faire des mesures de grande précision sur trois échantillons simultanément à partir des très basses pressions, jusqu'à la pression atmosphérique. On peut par exemple identifier la présence de micropores (de diamètre inférieur à 2 nm) et de caractériser leur distribution en taille, en utilisant l'approche NLDFT développée récemment.

L'appareillage peut être équipé d'un thermostat permettant de travailler à des températures particulières autour de la température ambiante. Cela permet de déterminer les chaleurs isostériques d'adsorption en fonction de la quantité adsorbée. On peut donc obtenir des profils énergétiques de manière simple, sans avoir la nécessité d'utiliser un microcalorimètre.

Principe

Le principe de la mesure est simple. On mesure la pression au-dessus de l'échantillon à l'équilibre, avant et après adsorption. La différence de pression enregistrée est due à la détente du gaz dans la cellule de mesure et au phénomène d'adsorption. On prend en compte la détente du gaz par une mesure préalable du volume d'ampoule afin de déduire la variation de pression liée au phénomène d'adsorption. Par incréments de pression initiale, on parcourt ainsi l'ensemble de l'isotherme d'adsorption.

Avantages

Les mesures sont rapides, dans la mesure où on peut effectuer trois expériences simultanément. Cet appareillage est très robuste puisqu'il n'y a pas de pièces mobiles telles qu'on peut en trouver en gravimétrie d'adsorption. 15 m² d'échantillon seulement sont nécessaires pour chaque expérience, ce qui pour des matériaux poreux usuels représente 20 à 30 mg d'échantillon. Pour des échantillons d'aire spécifique faible, plus basses que 5 m².g⁻¹, il est possible d'utiliser le krypton comme molécule adsorbable, ce qui permet d'atteindre des surfaces spécifiques beaucoup plus faibles en conservant une grande précision.

Limitations

La méthode est basée sur des mesures indirectes puisqu'on atteint la quantité adsorbée en mesurant ce qui reste en phase gaz dans la cellule de mesure. Pour des échantillons de très faible aire spécifique, il sera recommandé de reproduire les mesures afin de fiabiliser le résultat.

Secteurs d'applications

Tous types de matériaux poreux, divisés, allant du domaine des poudres, de la formulation aux domaines de la catalyse hétérogène ou de la purification de l'air.

Compétences / Expertise

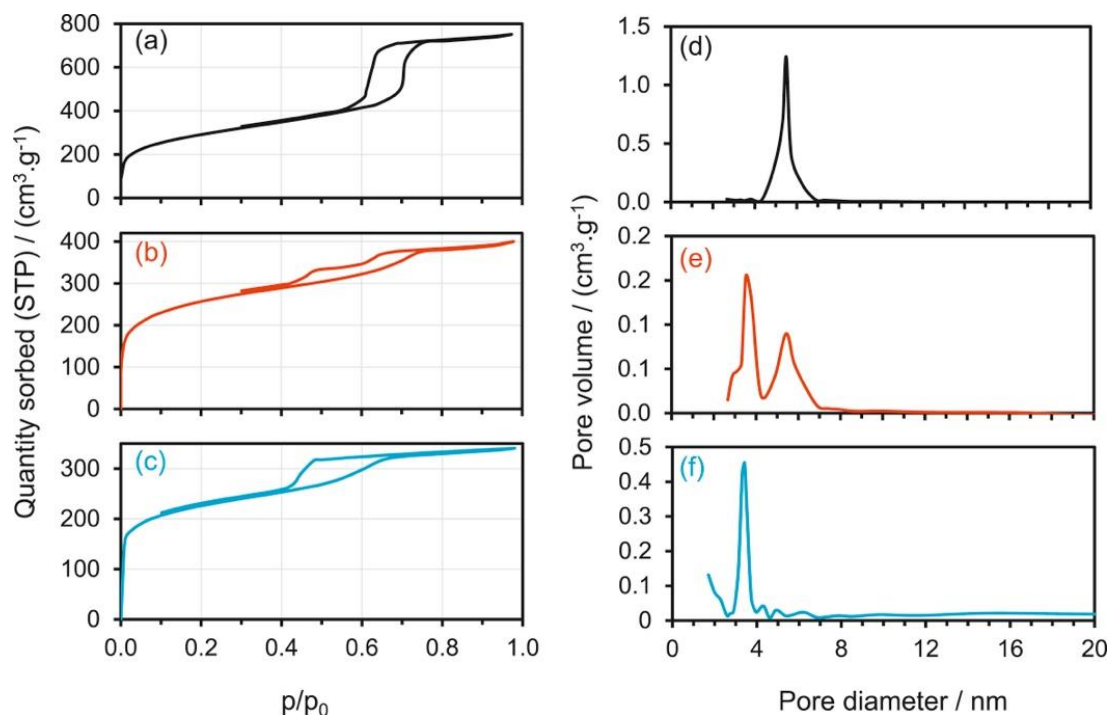
Thermodynamique des interfaces / Expertise en analyse des isothermes d'adsorption et calculs des caractéristiques texturales des matériaux.

Procédure à suivre pour prise de rendez-vous

Envoyer un mail à l'adresse des responsables techniques (nicolas.donzel@umontpellier.fr) en précisant le type(s) d'analyse(s) souhaitée(s) et le nombre d'échantillon(s) approximatif. Il faudra aussi indiquer la température d'activation des échantillons et le type de matériau (par exemple mésoporeux, non poreux, etc.) lorsqu'il est connu ou présumé.

Exemples d'études menées

Premier exemple : Etude des propriétés texturales de matériaux hybrides par adsorption d'azote à 77 K.

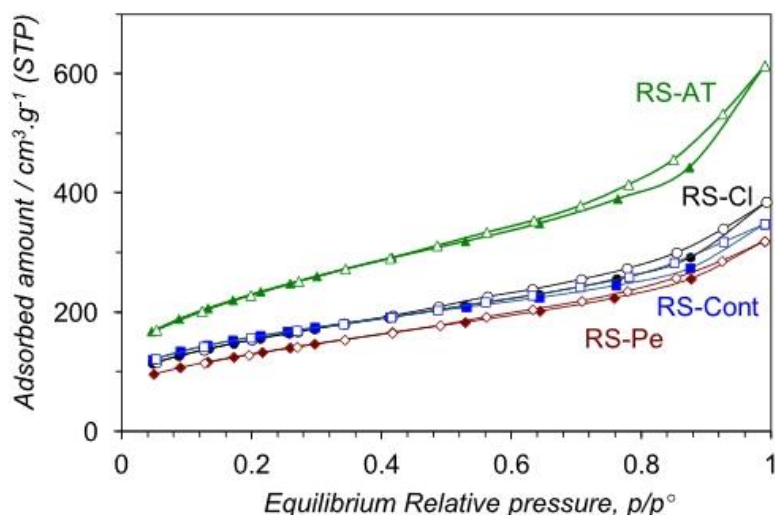


Isothermes d'adsorption-désorption d'azote pour des organosilices mésoporeuses périodiques préparées à partir de différents agents structurants.

On montre dans ce travail comment une synthèse de matériau poreux hybride peut conduire à une structuration bimodale des mésopores en modifiant de façon simple la voie de synthèse de ces matériaux.

Single-template periodic mesoporous organosilica with organized bimodal mesoporosity, M. Laird, C. Carcel, E. Oliviero, G. Toquer, P. Trens, J.R. Bartlett, M. Wong Chi Man, *Microp. Mesop. Mater.* **2020**, 297, 110042, doi : 10.1016/j.micromeso.2020.110042

Second exemple : Etude de l'impact de l'activation chimique de biomasse sur les propriétés texturales des charbons actifs produits.



Isothermes d'adsorption-désorption d'azote pour différents charbons actifs préparés à partir de paille de riz par traitement alcalin ou biologique.

On montre ici que les traitements préalables imposés à de la biomasse (ici paille de riz) avant sa pyrolyse pour obtenir des charbons actifs, a une grande influence sur les matériaux produits, alors que la biomasse initiale est la même pour tous les charbons actifs produits.

Efficient treatment of rice byproducts for preparing high-performance activated carbons, A. H.Basta, V. F.Lotfy, M. S. Hasanin, P. Trens, H. El-Saied, *Journal of Cleaner Production*, 2019, 207, pp 284-295, doi : 10.1016/j.jclepro.2018.09.216