

ADSORCIÓN DE N₂

SUPERFICIE BET

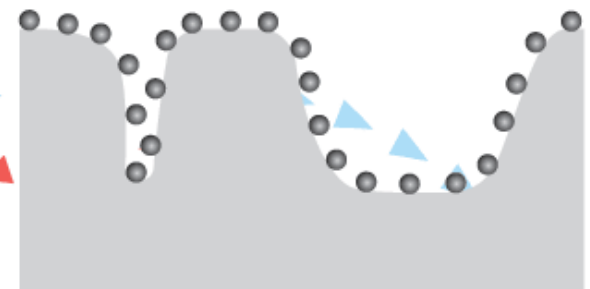
POROSIDAD



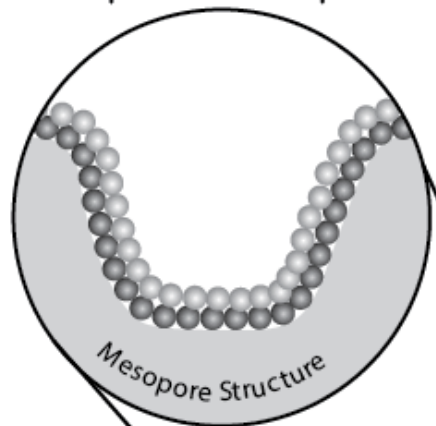
▶ Gas Adsorption Process



Pore Filling Begins



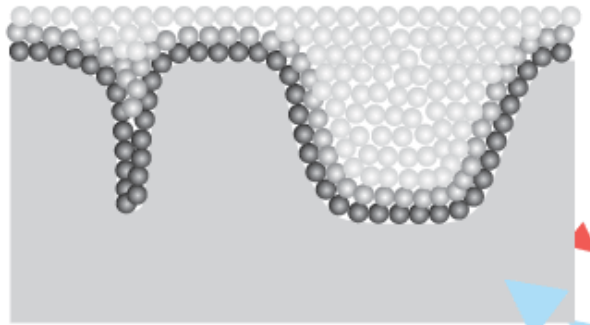
2-50 nm



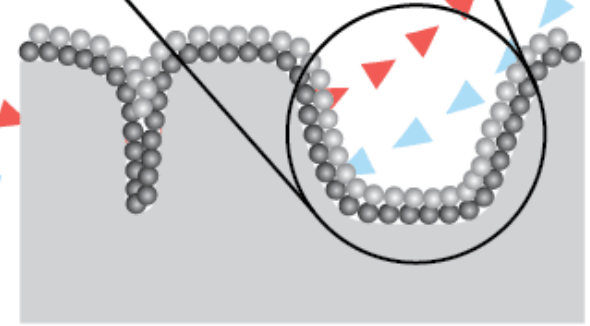
Monolayer Formation



Pore Filling Completed

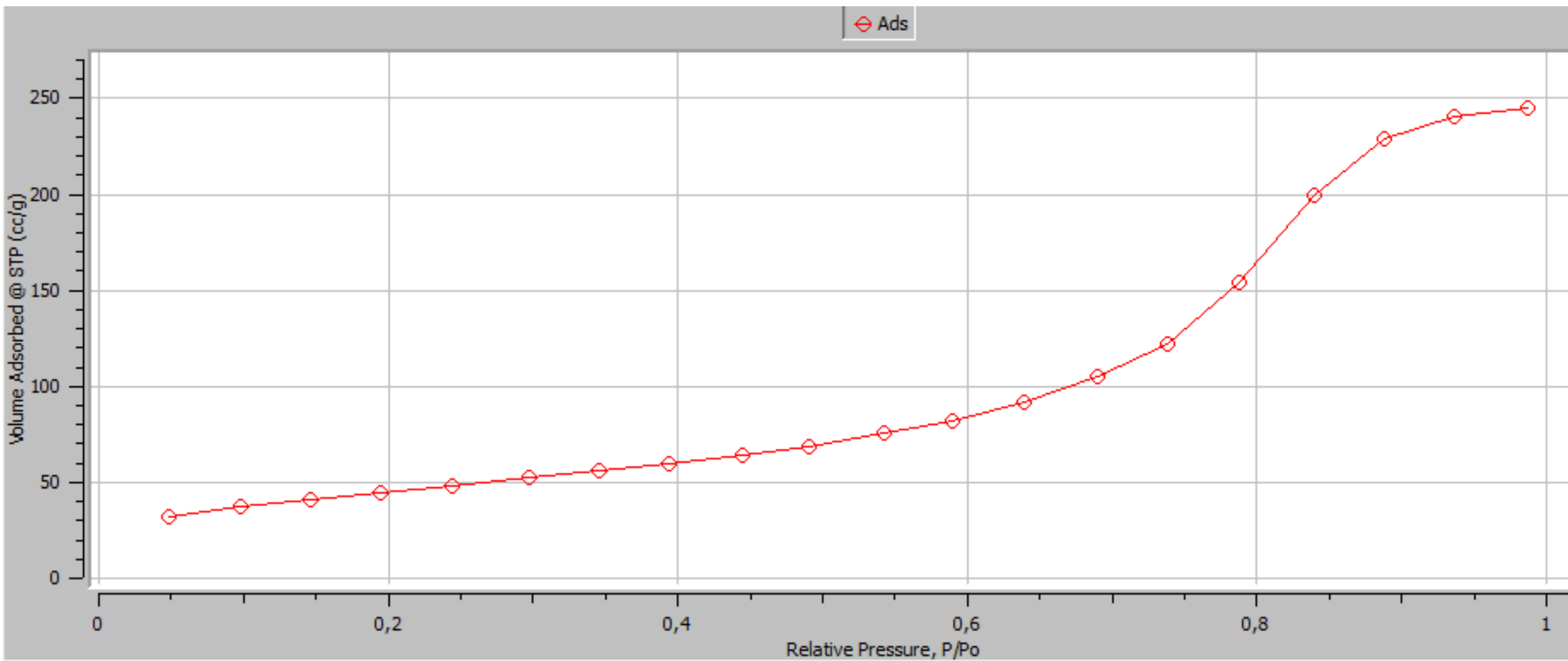


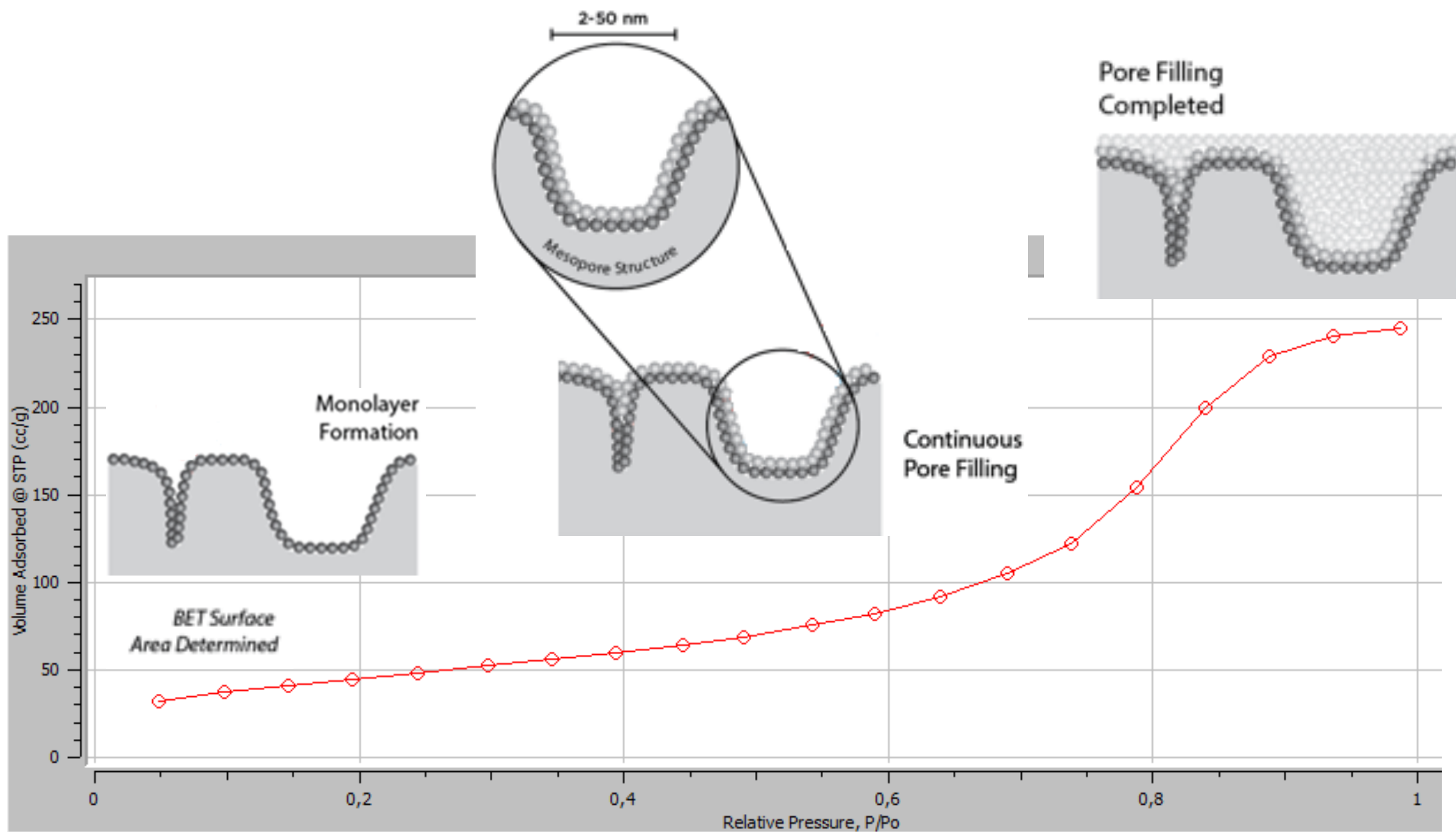
Continuous Pore Filling



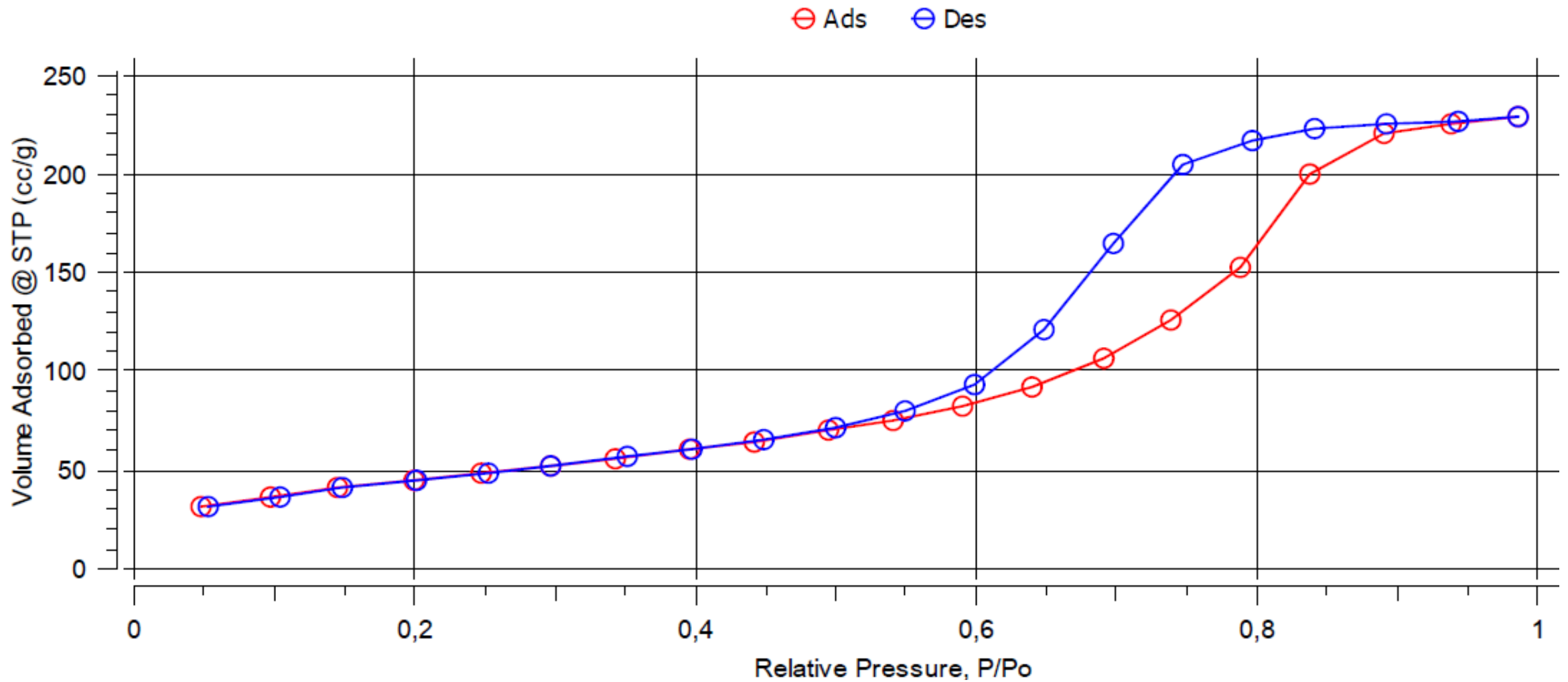
▶ Gas Desorption Process

ISOTERMA DE ADSORCIÓN





ISOTERMA DE ADSORCIÓN-DESORCIÓN



MATERIAL:

en polvo o pellet con diámetro < 8 mm
cantidad: 100 mg seco.

ETAPAS

1° DESGASIFICACIÓN:

En vacío, temperatura hasta 300°C



2° ANÁLISIS

Adsorción de N_2 a 77 °K en función de P/P_0

PUNTOS DE P/P_0

SUPERFICIE BET:

6 PUNTOS DE P/P_0 ENTRE 0,05 Y 0,3

ISOTERMA DE ADSORCIÓN/DESORCIÓN:

15 PUNTOS P/P_0 ENTRE 0,05 Y 0,99

10 PUNTOS P/P_0 ENTRE 0,99 Y 0,3



Resultados

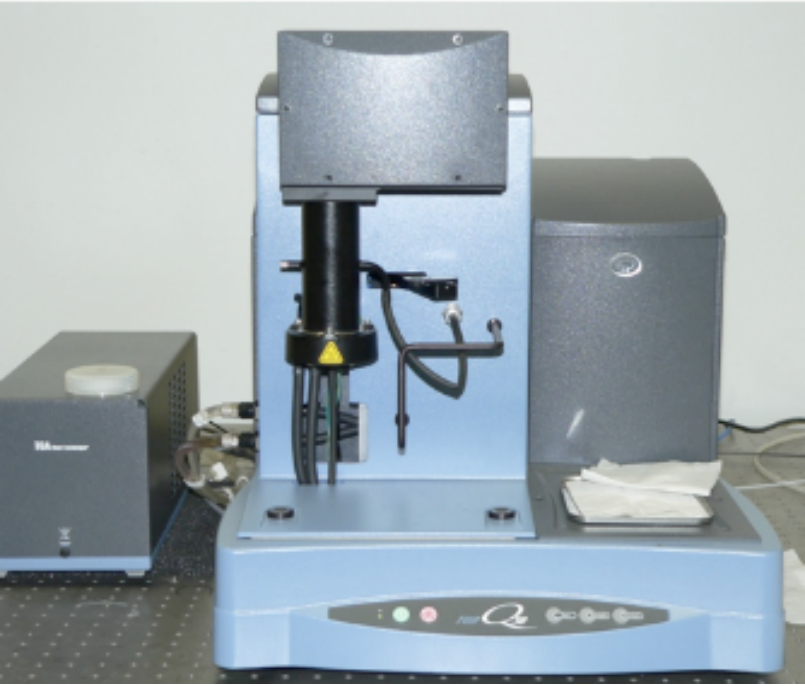
- Isoterma adsorción-desorción
- Área superficial BET
- Volumen total de poros
- Radio medio de poros
- Volumen y área de microporosidad
- Área superficial externa (excl. Microporos)
- Distribución de tamaños de poro (método BJH)

ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO TGA

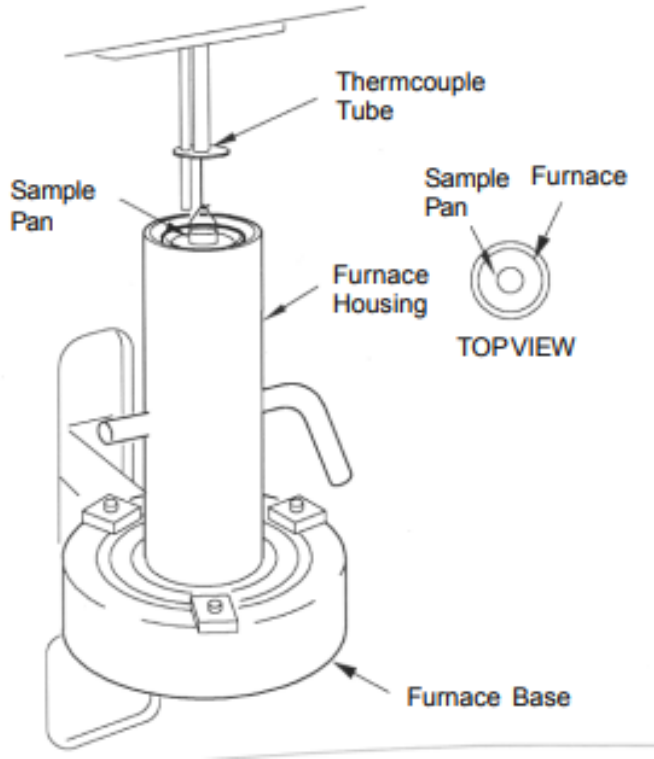
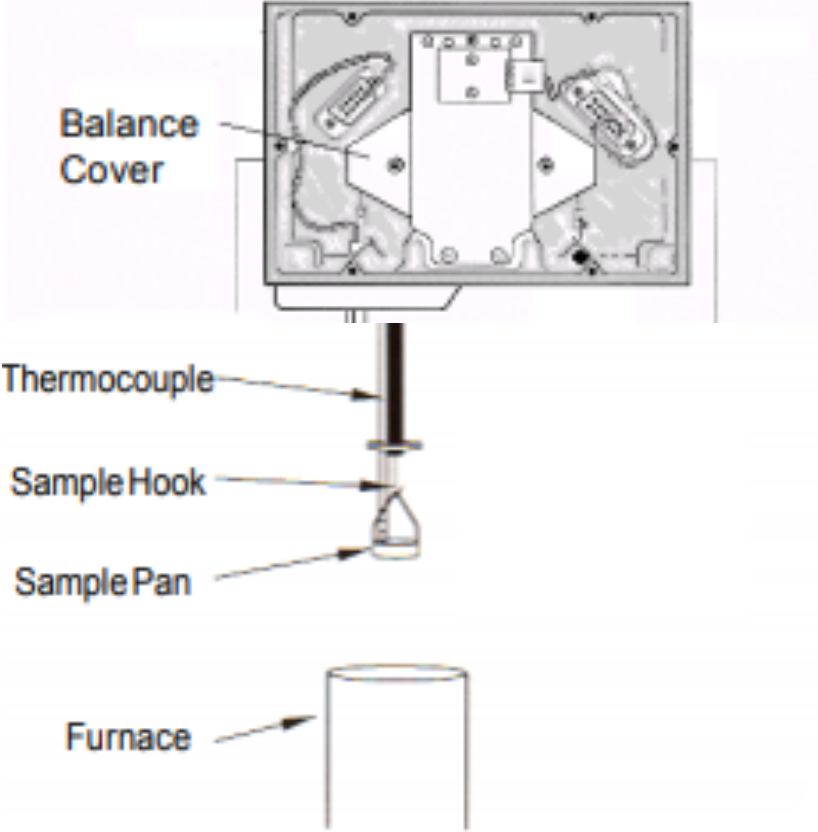
Medida del cambio de masa de una muestra al aumentar la temperatura

Permite identificar reacciones y obtener datos cuantitativos

Análisis termogravimétrico TGA



Analizador TA-Q50



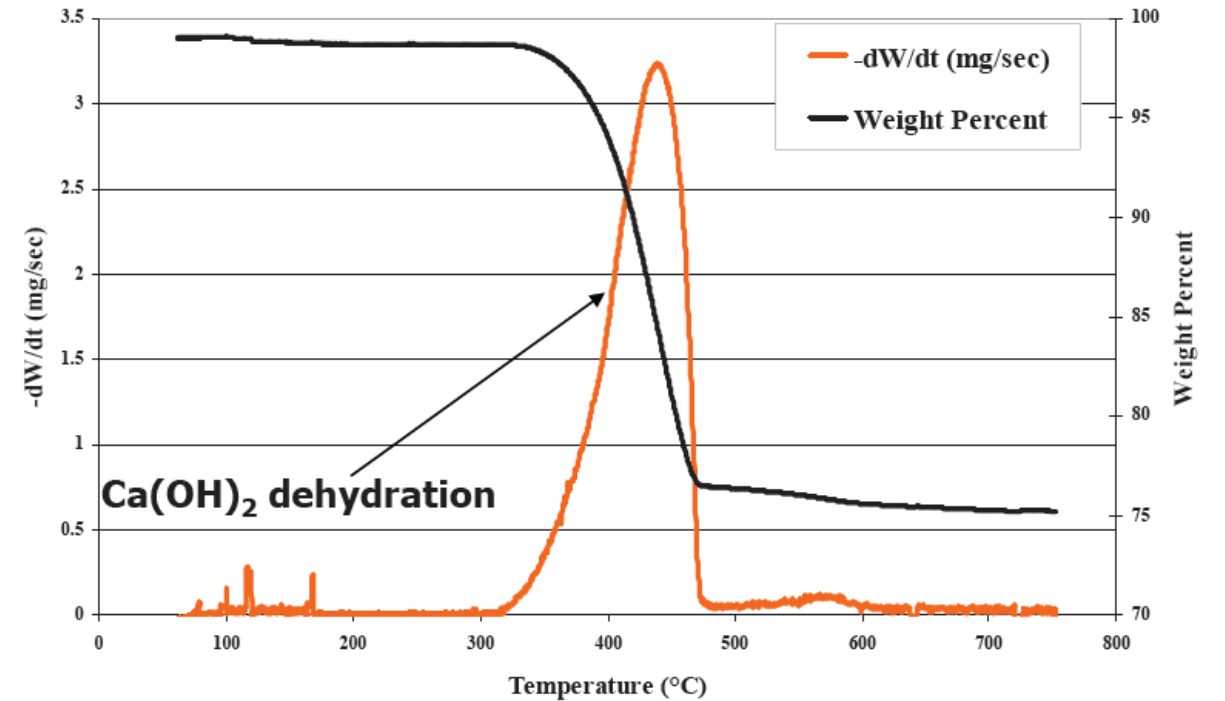
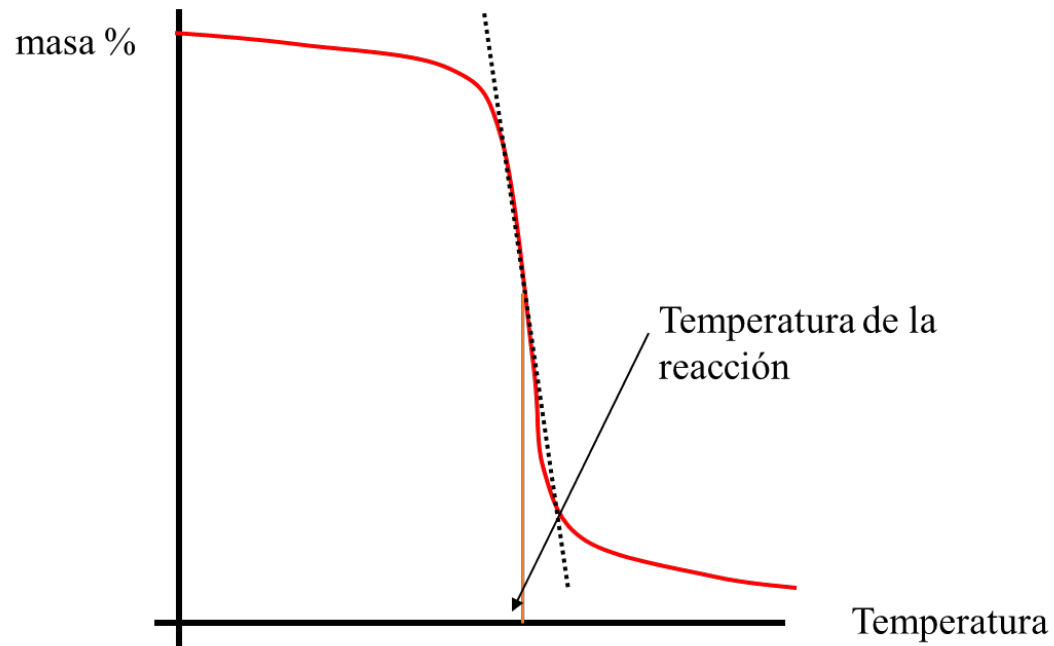
Análisis termogravimétrico TGA

- Rango de temperatura: ambiente hasta 1000 °C
- Velocidad de calentamiento: 0.1 to 100°C/min
- Etapas isotermas
- Capacidad del platillo: 1.0 g Precisión: $\pm 0.01\%$
- Gases de purga: N₂, Aire
- Platillo: Pt
- Muestra: en polvo preferentemente



Análisis termogravimétrico-resultado

- Cuantificar % de masa con la temperatura y la curva derivada



Análisis simultáneo DSC-TGA

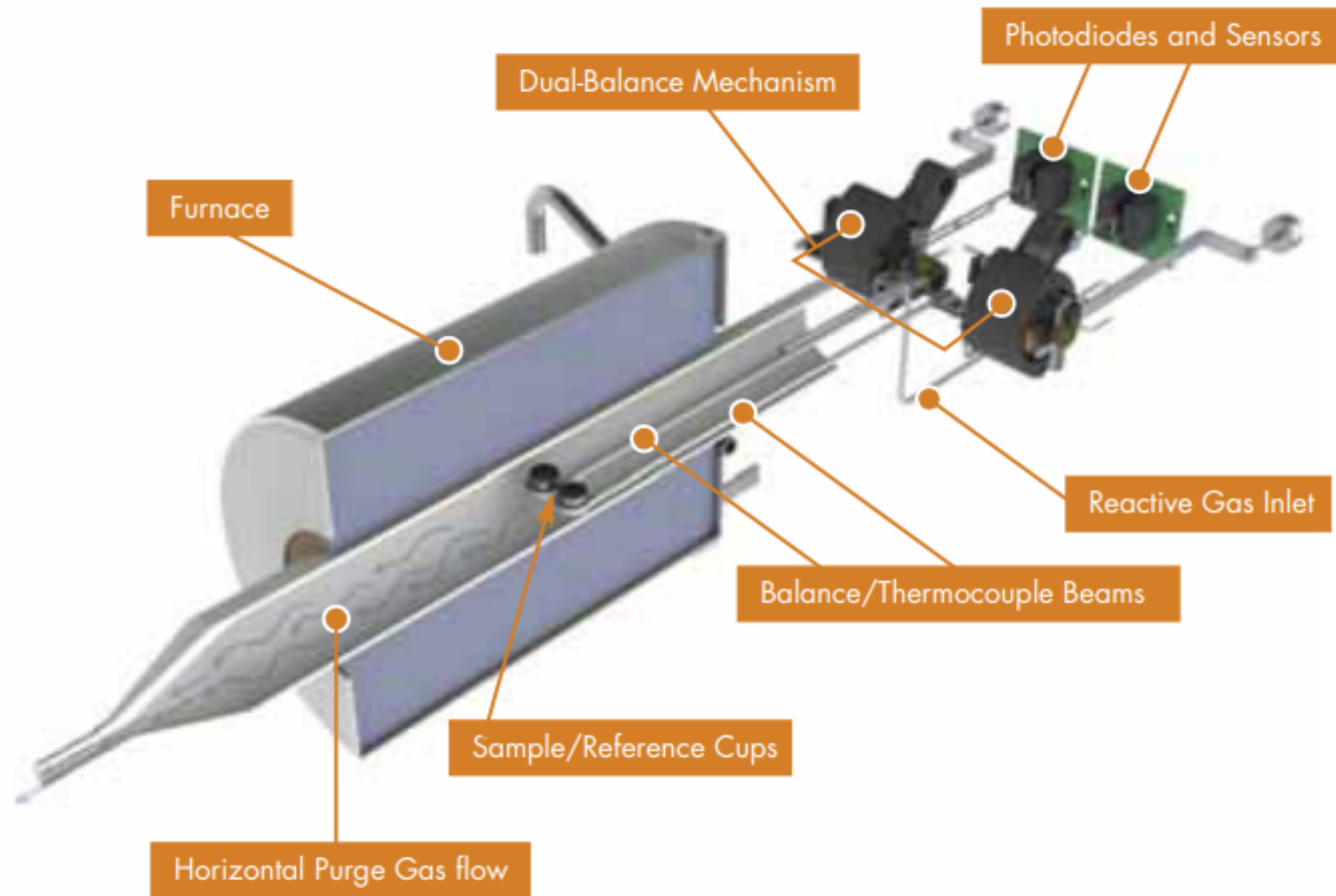


El equipo SDT Q600 mide simultáneamente el flujo de calor y variación de peso de un material en función de la temperatura.

Desde temperatura ambiente hasta 1450°C

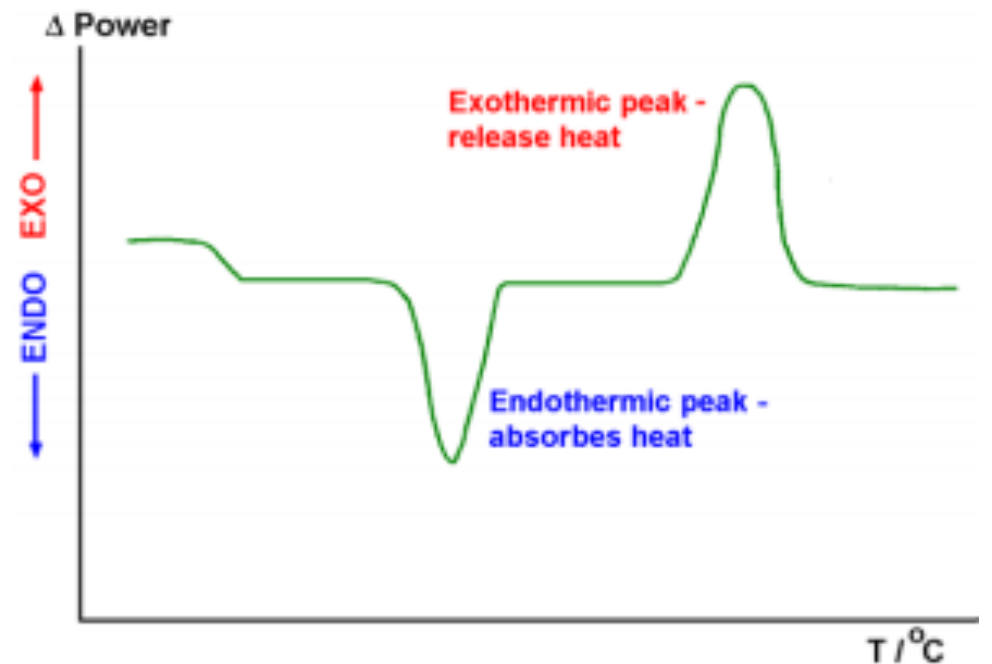
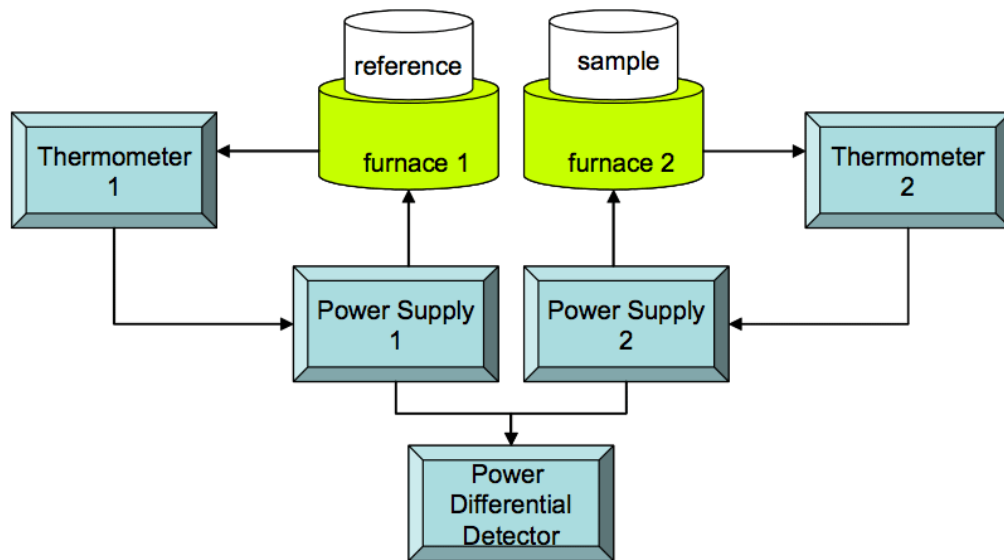
Atmósfera oxidante (aire) o inerte (N₂)

El ciclo térmico es programable, con posibilidad de etapas de calentamiento, enfriamiento e isoterma. Velocidad: 100°C/min hasta 1000°C y 25°C/min de 1000 a 1450°C. En rampa de enfriamiento hasta 50°C/min



El equipo consta de una balanza con dos platillos donde se sitúan los crisoles de platino o de alúmina y un horno horizontal. El volumen de los crisoles es $90\mu\text{L}$.

DSC: Cada muestra tiene un sistema de control independiente en cada crisol para tener en ambos la misma temperatura.

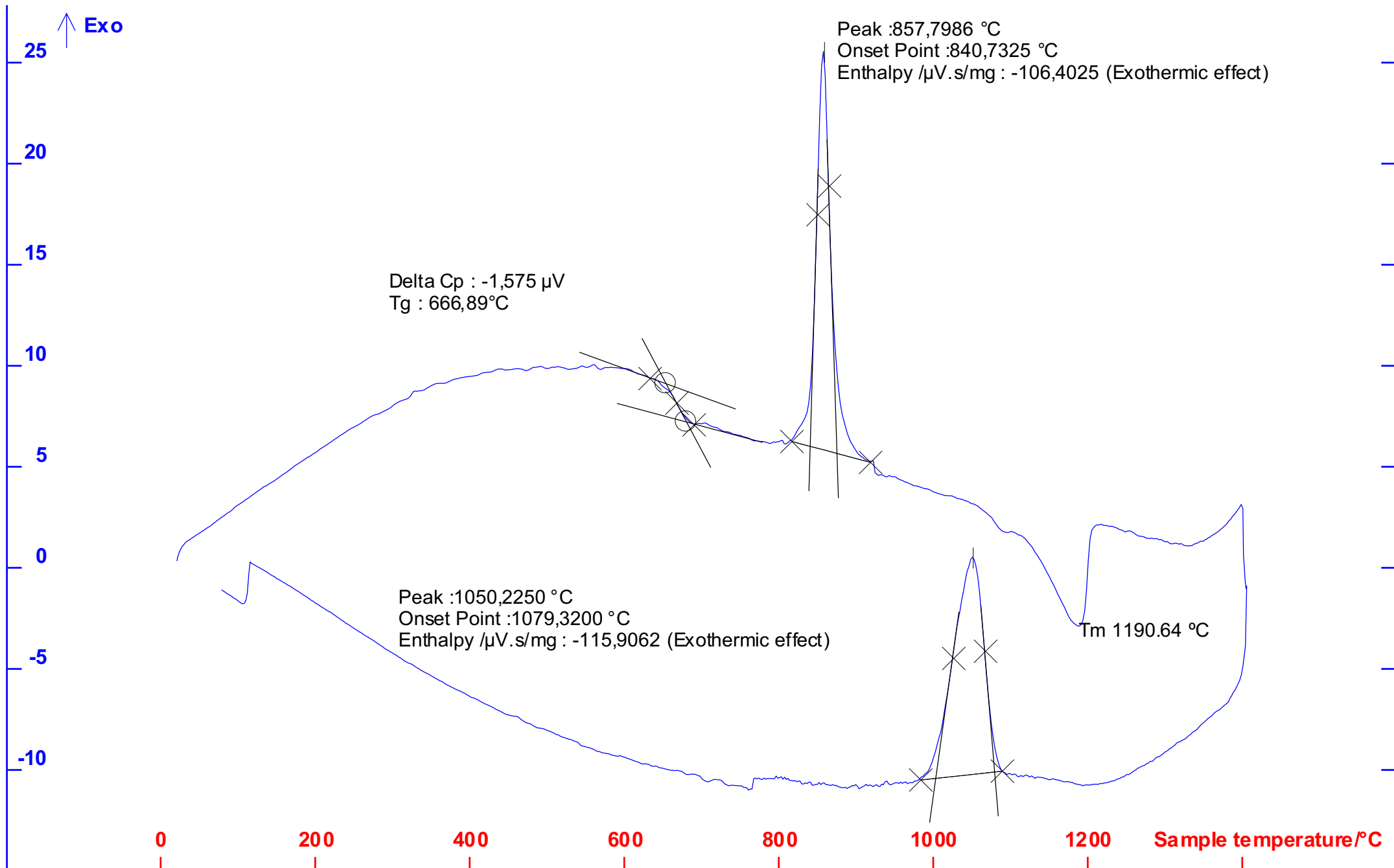


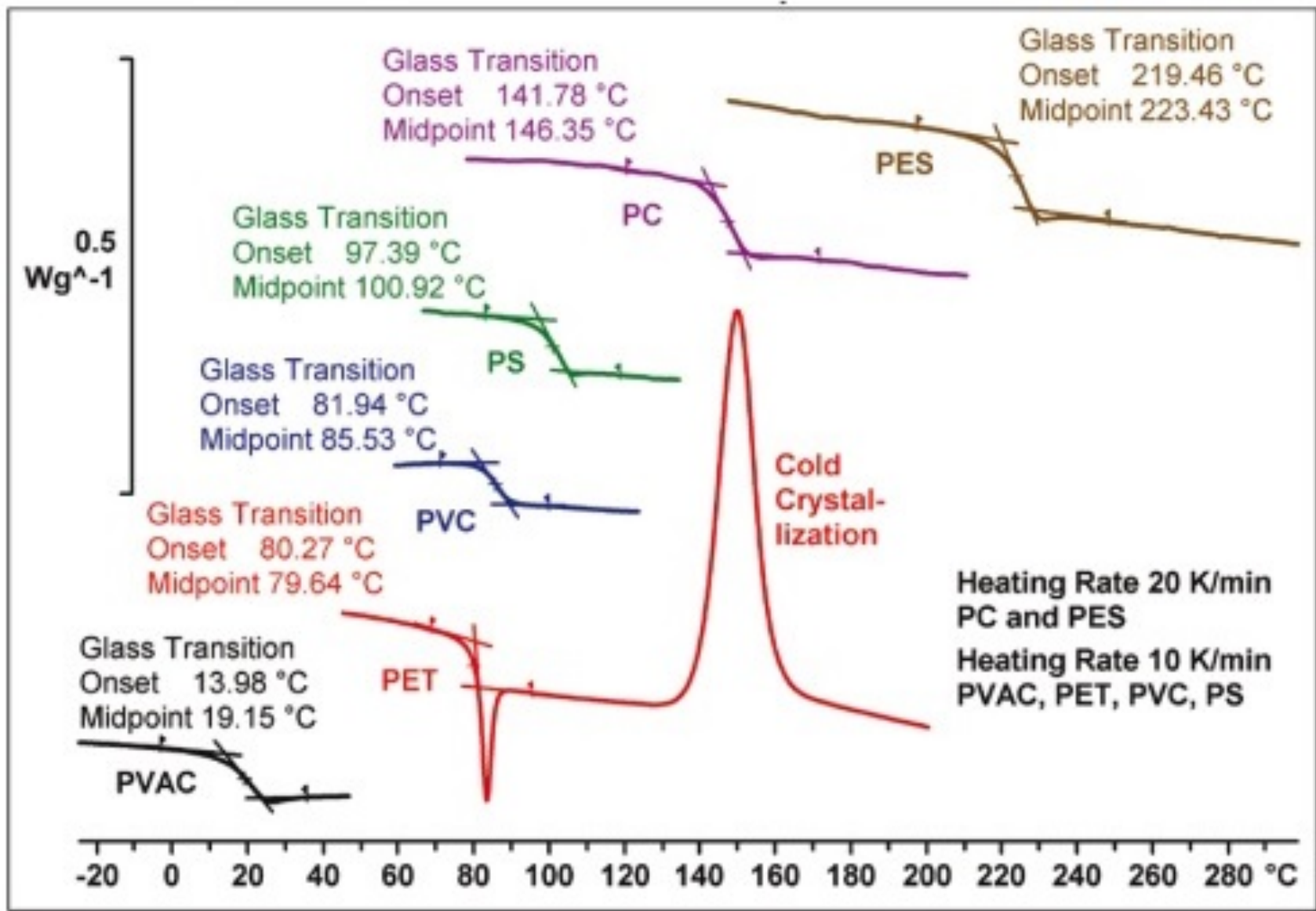
Interpretación de datos

- Temperatura de transición vítrea (T_g)
- Temperatura de fusión
- Temperatura de cristalización
- Capacidad calorífica

ATENCIÓN

Diferencias de comportamiento en muestras en polvo o en volumen, a distinta velocidad de rampa, en distinta atmósfera



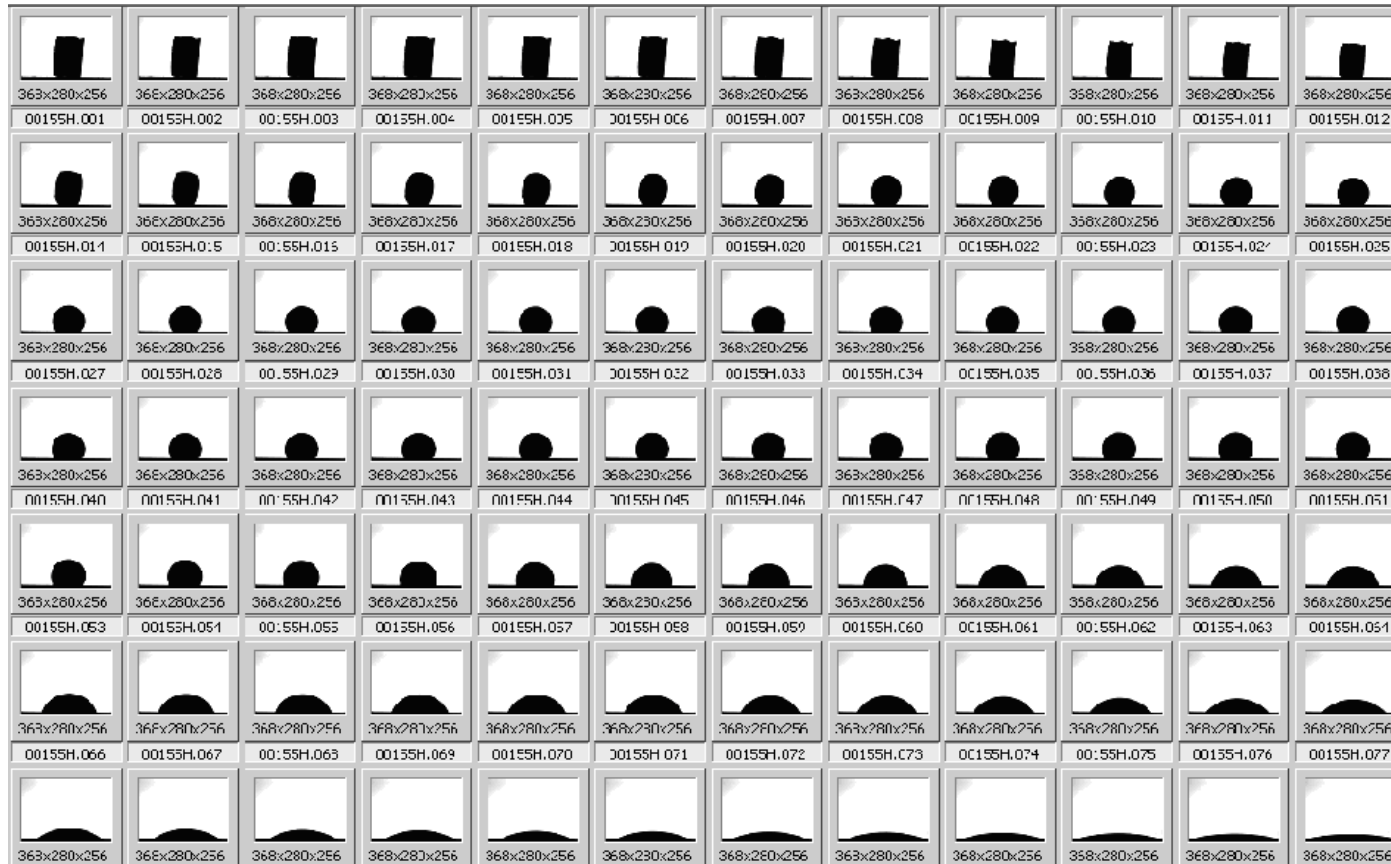


Microscopía de calefacción

- Cambios dimensionales y morfológicos al aumentar T^a
- Muestra en polvo compactado, en forma de cilindro de 3X2 mm

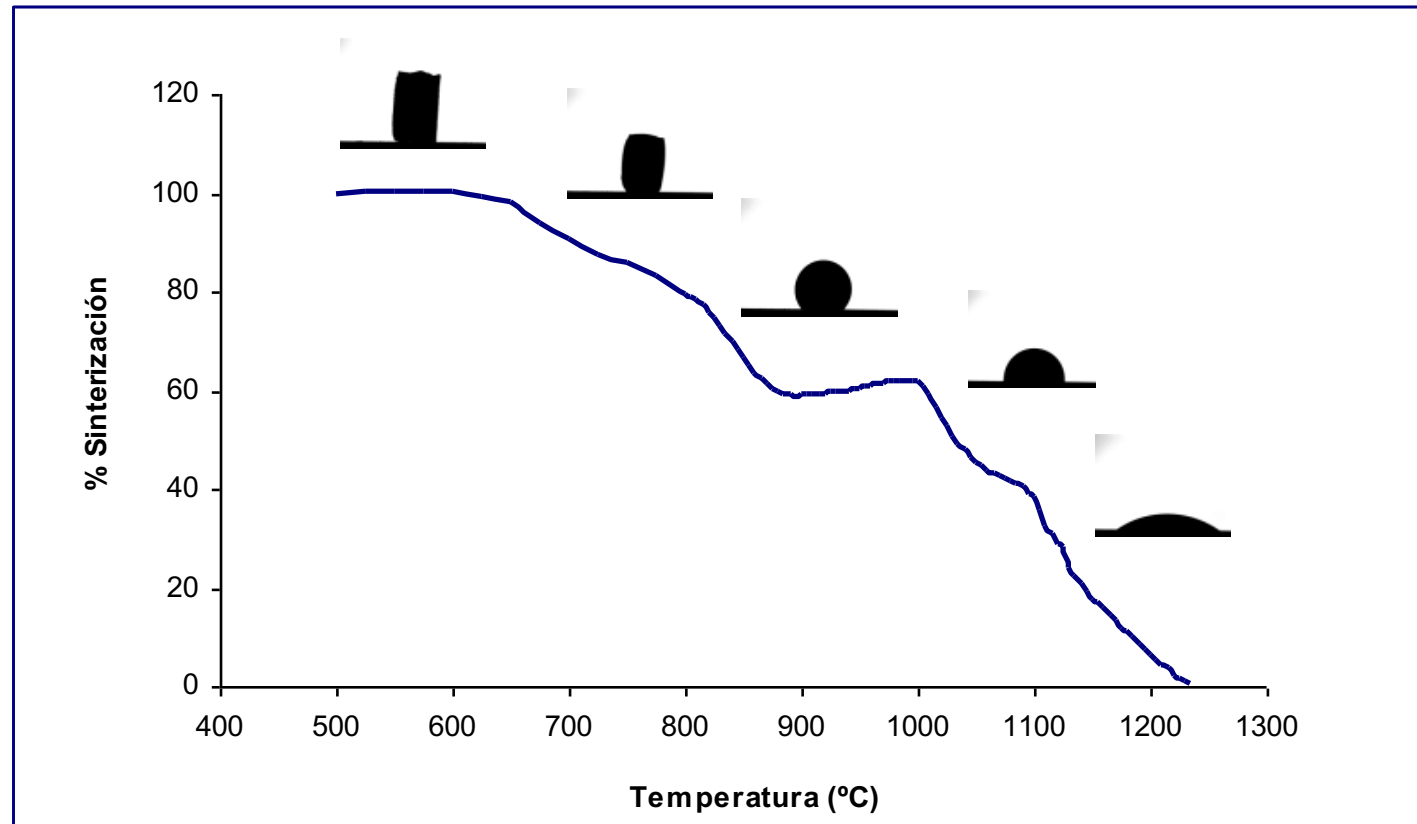


Microscopía de calefacción



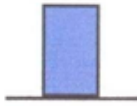

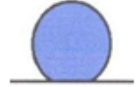


Microscopía de calefacción

Curva de sinterización % altura de probeta vs temperatura



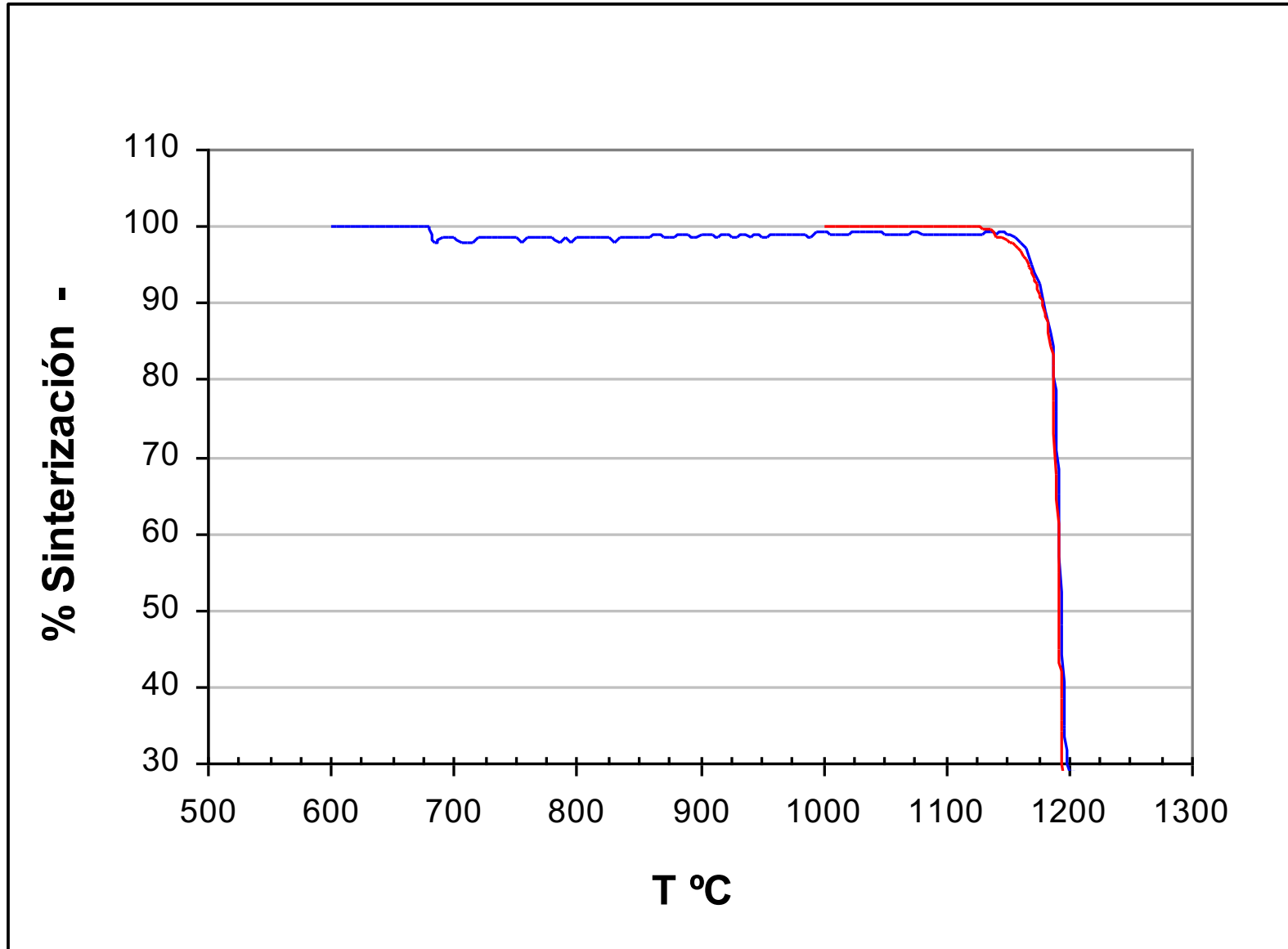
Microscopía de calefacción vidrios

Microscopía de calefacción. Formas características.

Puntos fijos de viscosidad	Imagen	Log η	Definición geométrica
Sinterización		9,0	Altura = 95% de la inicial
Reblandecimiento		6,5	Ángulos redondeados
Esfera		--	5 radios de curvatura iguales
Media esfera		4,5	Altura = 1/2 de la anchura de base y ángulos de 90°
Fluidez		3,1	Altura = 1/3 de la anchura de base

En **materiales vítreos** se da relación entre la forma y la viscosidad del material en los puntos fijos

material cristalino: sin cambios dimensionales hasta T_m



Microscopía de calefacción vidrio

