

ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ / CHEMICAL TECHNOLOGY

Обзорная статья / Review

УДК 681.5.08

DOI: 10.21285/2227-2925-2017-7-2-113-121

МЕТОДЫ И УСТРОЙСТВА ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ ДИСПЕРСНЫХ МАТЕРИАЛОВ

© А.А. Носенко, С.И. Половнева

Иркутский национальный исследовательский технический университет,
Российская Федерация, 664074, г. Иркутск, ул. Лермонтова, 83.

Цель работы заключается в систематизации информации, содержащейся в научных публикациях, патентах, в сети Интернет о методах и устройствах измерения удельной поверхности дисперсных материалов, классификации методов измерения, рассмотрении их физических основ, а также в проведении сравнительного анализа метрологических характеристик и математических моделей измерения удельной поверхности. Патентный поиск показал, что в описываемых изобретениях в качестве газа-адсорбата используется азот или аргон, а в качестве газа-носителя – инертный газ (гелий). Для достижения оптимальной температуры адсорбции в качестве хладагента используется жидкий азот. Анализ серийно выпускаемых моделей свидетельствует о том, что значительная часть анализаторов работает на основе метода низкотемпературной адсорбции газа (БЭТ), и лишь малую часть составляют методы газопроницаемости с ограниченным диапазоном измерения удельной поверхности материалов. Самым применяемым остается лабораторный метод низкотемпературной адсорбции газов (БЭТ или МТД). Однако при многочисленности серийно выпускаемых анализаторов, у них имеется принципиально общая динамическая характеристика – длительное время анализа в связи с тем, что процессы адсорбции при отрицательных температурах протекают медленно. Такие скорости получения информации неприемлемы для автоматизированной системы управления технологическим процессом (АСУТП), так как не позволяют качественно им управлять. Поиск и разработка быстродействующего анализатора для определения удельной поверхности остается актуальной.

Ключевые слова: удельная поверхность, адсорбция, анализатор, метод БЭТ, микроскопический метод, метод газопроницаемости, автоматизированная система управления технологическим процессом.

Формат цитирования: Носенко А.А., Половнева С.И. Методы и устройства для измерения удельной поверхности дисперсных материалов // Известия вузов. Прикладная химия и биотехнология. 2017. Т. 7, N 2. С. 113–121. DOI: 10.21285/2227-2925-2017-7-2-113-121

METHODS AND DEVICES FOR MEASURING SURFACE AREA DISPERSED MATERIALS

© А.А. Nosenko, S.I. Polovneva

Irkutsk National Research Technical University,
83, Lermontov St., Irkutsk, 664074, Russian Federation

The aim of this work is to systematize the information contained in scientific publications, patents, websites on methods and devices of measuring the specific surface area of dispersed materials, the classification of measurement methods, consideration of their physical bases, comparative analysis of metrological characteristics and mathematical models for specific surface measurements. Comparative analysis of mathematical models of measurement, metrological characteristics and the physical basis of the method is given. A patent search revealed that the described invention is used as adsorbate gas, nitrogen or argon, an inert gas (helium) as the carrier gas. To achieve adsorption temperature the liquid nitrogen is used as the refrigerant. Analysis of commercially available models suggests that a significant portion of analyzers operates on the base of the low-temperature gas adsorption method (BET), and only a small part is made with limited permeability methods measurement range of the specific surface materials. The most used is a laboratory

method of low-temperature gas adsorption (BET method or MTD). Despite the many commercially available analyzers are fundamentally common dynamic response - a long analysis time, due to the fact that adsorption processes at low temperatures are slow. Such speed information to the control system is unacceptable because they do not allow the quality control process. Search and development of high-speed analyzer remains relevant for the determination of the specific surface.

Keywords: adsorption, analyzer, surface area, method BET, microscopic method, method of gas permeability, APCS

For citation: Nosenko A.A., Polovneva S.I. Methods and devices for measuring surface area dispersed materials. *Izvestiya Vuzov. Prikladnaya Khimiya I Biotekhnologiya* [Proceeding of Universities. Applied Chemistry and Biotechnology]. 2017, vol. 7, no. 2, pp. 113–121 (in Russian). DOI: 10.21285/2227-2925-2017-7-2-00-00

ВВЕДЕНИЕ

Первые количественные оценки величины поверхности были сделаны с помощью хемосорбции в 1918 г. Американский химик И. Ленгмюр сопоставил видимую поверхность платиновой фольги (считая ее поверхность гладкой) с адсорбированным на ней количеством кислорода, водорода и монооксида углерода и нашел, что максимальные адсорбированные объемы этих газов соответствуют монослою их атомов (в последнем случае – молекул) на поверхности [1].

Способность твердых тел к поглощению газов и паров сильно зависит от развитости их поверхности. Чем больше удельная поверхность твердого тела, тем больше это поглощение. Многие другие свойства твердых тел зависят от величины их поверхности, например процессы горения, схватывание цемента и другие. Производительность катализатора в кинетической области протекания реакции также находится в прямой зависимости от его удельной поверхности, а внутри диффузионной области — еще и от его пористой структуры. Но если для катализа (как и для хемосорбции) первостепенное, определяющее значение имеет химическая природа поверхности, а ее величина является хоть и важным, но вторым по значению фактором, то для физической адсорбции, наоборот, основное значение имеет величина поверхности. Таким образом, удельная поверхность является очень мощным фактором, влияющим на величину адсорбции [2].

МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Методы, предназначенные для измерения удельной поверхности материалов, широко используются и применяются в научно-исследовательских, учебных, заводских лабораториях при производстве: цемента, глинозема для алюминия, катализаторов и пигментов, керамики, сорбентов, различных строительных материалов, технического углерода, утяжелителей для буровых растворов нефтегазодобычи, в порошковой металлургии, а также в сорбционной технологии извлечения золота с ис-

пользованием активированных углей, которые требуют контроля удельной поверхности. С развитием промышленности появилась потребность в автоматизированных, высокотехнологичных и простых в эксплуатации измерительных устройствах для определения удельной поверхности пористых и дисперсных материалов. При фундаментальных исследованиях многие авторы кинетики гетерогенных процессов указывают на присутствие фактора удельной поверхности и его роль в процессе осаждения, кристаллообразования.

Проявляется большой интерес в области изучения удельной поверхности, методов и моделей для ее определения. На рис.1 приведена систематизация методов измерения удельной поверхности.

Самыми простыми оценками определения удельной поверхности были визуальные методы. Следует считать определение удельной поверхности путем измерения размера частиц порошкообразных материалов с помощью светового или электронного микроскопа. Поскольку частицы, как правило, имеют разные размеры, то получают кривую распределения этих размеров и из нее вычисляют удельную поверхность, принимая несколько допущений:

1. Гистограмма отражает распределение размеров частиц во всем образце. Гистограмма должна быть достаточно информативной, необходимо измерить 500–1000 частиц.

2. На основании формы плоских изображений частиц (т.е. их проекций на плоскость) делается допущение о их форме в трехмерном пространстве, причем для упрощения расчетов предполагается идеальная форма частиц (чаще всего в виде глобул, кубиков, параллелепипедов или круглых стержней).

3. Поверхность частиц считается гладкой, т.е. коэффициент шероховатости (отношение действительной поверхности к поверхности гладкой фигуры этого же размера) принимается равным единице.

4. Предполагается, что частицы не пористы.

Если первое допущение можно выполнить,

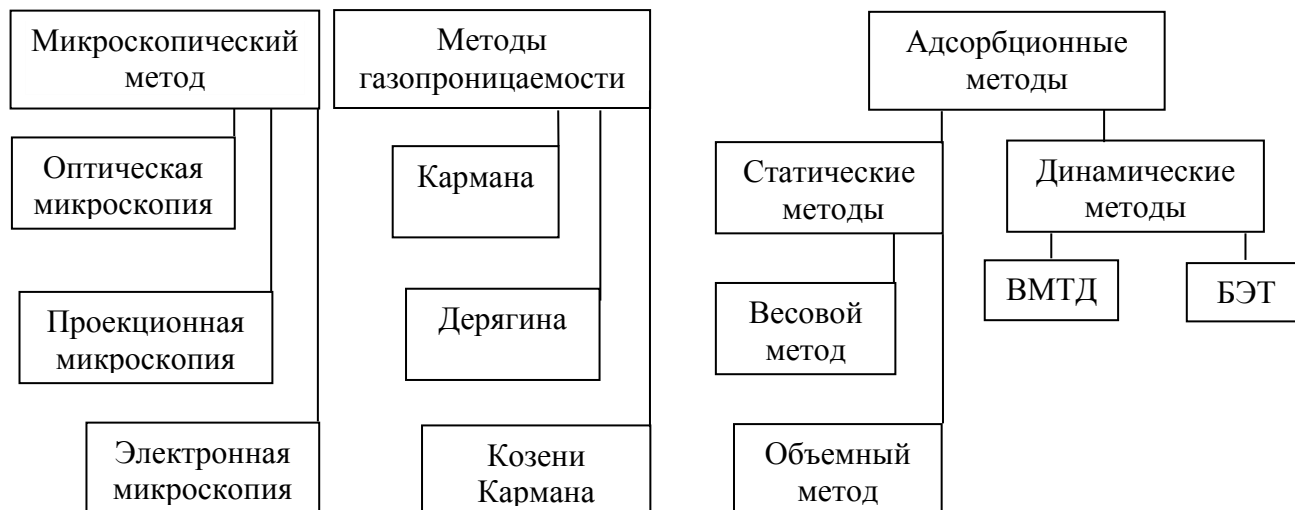


Рис. 1. Методы измерения удельной поверхности

измерив достаточное количество частиц, то степень выполнимости остальных иногда бывает трудно проконтролировать – это и определяет точность визуального метода, которая, кроме того, зависит от точности измерения размеров частиц. В современной практике используются автоматические методы получения кривых распределения, что намного облегчает работу по измерению поверхности [2].

В современной научной и производственной практике для определения удельной поверхности широко применяются методы газопроницаемости. Наиболее распространенным из них в настоящее время является метод, основанный на фильтрации воздуха через слой порошка при давлениях, близких к атмосферному (режим Пуазейля), и метод, основанный на фильтрации при больших разрежениях (режим Кнудсена). Методы газопроницаемости позволяют производить прямое измерение внешней поверхности и косвенное определение среднего диаметра частиц, который полезен как однозначный критерий для сравнительной оценки. Основными достоинствами методов газопроницаемости являются простота оборудования и расчета величины удельной поверхности, независимость определения от химической природы исследуемых веществ.

Основные недостатки методов газопроницаемости – невысокий диапазон измерений удельной поверхности; зависимость результатов от пористости образцов (величина удельной поверхности увеличивается с ростом относительной плотности пористого тела); точные результаты можно получить только в случае непористых округлых частиц порошков; позволяет определить внешнюю поверхность без

учета внутри частичных тупиковых пор. Рассмотрим метод Козени–Кармана, при котором уравнение имеет вид

$$S_0 = 14 \sqrt{\frac{\Delta P \times F \times \delta^3}{Q \times \eta \times L(1 - \delta)^2}} \quad (1)$$

где S_0 – поверхность на единицу объема; ΔP – разность давлений по сторонам образца; δ – поперечное сечение образца; F – коэффициент пористости; Q – расход воздуха; η – вязкость воздуха; L – высота образца.

Уравнение Козени–Кармана, основанное на предположении, что поток газа в порах материала ламинарный, нельзя использовать для расчета удельной поверхности порошков, состоящих целиком или частично из зерен меньше 1 мкм. Для таких мелких порошков размеры пор сопоставимы со средним пробегом молекул воздуха, и поэтому режим течения газа отклоняется от пуазейлевского, т.е. начинает сказываться газокинетический эффект скольжения молекул газа по стенкам пор, что неминуемо приводит к снижению аэродинамического сопротивления $\frac{\Delta P}{L}$ и, естественно, к снижению результатов. Для учета этого эффекта некоторые авторы предлагают вводить в формулу коэффициент скольжения. Точность метода проверена экспериментально на различных по крупности фракциях кварца. Расхождение результатов наблюдалось только на фракциях, содержащих частицы от 1 мкм и менее. Воспроизводилось полученных результатов для частиц крупностью от 1 до 50 мкм лежит в пределах 5%. Существует много различ-

ных конструкций приборов для измерения внешней удельной поверхности методом Козени–Кармана, например таких, как ПСХ-12 (производство РФ).

Для точного измерения удельной поверхности порошков с частицами меньше 1 мкм уравнение Козени–Кармана не применимо, так как оно не учитывает влияние молекулярного потока. Для определения удельной поверхности по данному методу необходимо вычислить проницаемость брикета в большом диапазоне величин и представить ее прямолинейную зависимость. При расчете в уравнении сначала игнорируют член Кармана, затем член Козени. Удельную поверхность вычисляют по формуле

$$S_0 = S_{\text{кармана}} + \sqrt{\frac{S_{\text{кармана}}^2}{4} + S_{\text{козени}}^2} \quad (2)$$

Этот метод полезен для точного измерения внешней поверхности высокодисперсных порошков вплоть до размера частиц 0,1 мкм, но широкого применения метод не получил как из-за трудности изготовления высокоплотных прессованных образцов, так и из-за сложности обработки данных.

Определение удельной поверхности порошкообразных тел по сопротивлению фильтрации разреженного воздуха основано на методе Дерягина. Данный метод послужил созданию прибора Дерягина. Принцип работы прибора Д-III основан на измерении воздухопроницаемости слоя материала при просасывании через него воздуха при давлении 0,2–2 кПа. Исследуемое дисперсное тело (порошок), предварительно высушенное до постоянного веса, помещают в цилиндрическую кювету, дном которой является пористая перегородка (фильтр). Чем меньше сопротивление, оказываемое перегородкой (фильтром) течению воздуха, тем точнее опыт. Предварительно взвешенный образец насыпают в кювету ровным слоем определенной толщины, это достигается путем встряхивания кюветы и утрамбовывания порошка. Затем производится спрессовывание порошка [3].

Измерение удельной поверхности по теплотам смачивания проводится при погружении порошка, поверхность которого покрыта монослоем из молекул жидкости в избыток той же жидкости, выделяется теплота Q за счет реализации свободной поверхностной энергии границы жидкость–воздух E_B , причем количество теплоты пропорционально удельной поверхности порошка $S_{уд}$ может быть рассчитано по формуле

$$Q = S_{уд} E_B \quad (3)$$

Методы по измерению удельной поверхности многообразны. Наиболее изученными являются адсорбционные методы, которые делятся на статические и динамические. Статический метод имеет сущность переноса адсорбтива на поверхность, который обусловлен преимущественно диффузией. Динамический метод представляет собой поток газа-носителя, принудительно перемещаемого относительно адсорбента. Статические методы позволяют измерять количество поглощенного газа в зависимости от его давления, т.е. получать изотермы адсорбции. Однако статические методы довольно громоздки, весьма трудоемки и длительны в испытании, кроме того, большинство их требует применения сложной аппаратуры. Статические методы заключаются в следующем: адсорбент помещают в атмосферу газа или пара, приводят в состояние равновесия с последним. Количество поглощенного газа или пара определяют по привесу адсорбента, а для газа или пара, находящегося в равновесии, измеряют давление. Такой метод называют весовым. Если количество поглощенного адсорбента определяют по разности давлений или объемов газа до и после адсорбции, то такой метод носит название объемного [4].

Адсорбционные методы позволяют измерить полную поверхность. Наиболее широкое распространение получил метод газовой физической адсорбции – низкотемпературная адсорбция азота. Метод низкотемпературной адсорбции азота, называемый методом Брунаэра, Эммета и Теллера или сокращенно БЭТ, по сравнению с другими методами газовой адсорбции хорошо обоснован как в теоретическом, так и в экспериментальном отношении и позволяет измерить поверхность в диапазоне от 0,1 до 2000 м²/г с относительной погрешностью 2–6% [5].

Модель расчета выглядит следующим образом:

$$\frac{p/p_0}{a(1 - p/p_0)} = \frac{1}{a_m c} + \frac{c - 1}{a_m c} \cdot \frac{p}{p_0}, \quad (4)$$

где p/p_0 – отношение давления в системе к давлению конденсации, a – величина адсорбции, a_m – объем монослоя на поверхности адсорбента, c – отношение констант адсорбционного равновесия в первом слое и константы конденсации.

Приборы, основанные по низкотемпературному методу адсорбции газов и модели расчета удельной поверхности БЭТ, работают с применением газов, таких как гелий, азот и

при охлаждении пробы используется жидкий азот. Физические процессы в данных приборах при определении удельной поверхности протекают медленно, тем самым делая измерение длительным по времени.

В таблице приведены характеристики и сведения приборов для измерения удельной поверхности дисперсных и пористых материалов. Из данных таблицы видно, что большинство устройств работает по методу низкотемпературной адсорбции газов, использующих азот или аргон в качестве адсорбата, гелий в качестве носителя, а также жидкий азот для охлаждения измеряемого образца.

Проведенный анализ показал, что большинство моделей работает по принципу метода БЭТ (англ. BET) и лишь малая часть устройств используют методы газопроницаемости. Актуальным вопросом является измерение удельной поверхности материалов, проявляется интерес в устройствах, которые определяют материалы с высокой удельной поверхностью свыше $2000 \text{ м}^2/\text{г}$, и достигая $16\,000 \text{ м}^2/\text{г}$, ими могут быть, как сорбенты, так и металлоорганические координационные полимеры (МКОП) обладающие свойствами, практически полезными в широком спектре областей, таких как катализ, люминесценция, магнетизм, хранение, транспортировка и разделение газов, нелинейная оптика, хранения энергии. Такие площади поверхности могут измерить зарубежные анализаторы производителей из КНР и США [6]

В обзоре проведен патентный поиск. Способ и устройство для определения удельной

поверхности дисперсных и пористых материалов динамическим методом тепловой десорбции газов-адсорбатов (азота или аргона) из потока смеси адсорбатов с гелием при температуре 77 К . Создают стационарный поток смеси гелия и адсорбата с заданным постоянным составом, тренируют поверхность путем нагрева до температуры $350\text{--}700 \text{ К}$, адсорбируют адсорбат из потока смеси при температуре 77 К , десорбируют адсорбат в поток смеси путем нагрева до температуры $200\text{--}300 \text{ К}$ и измеряют концентрации адсорбата в потоке смеси. В качестве адсорбата используется аргон или азот. В случае азота дополнительно перед измерением концентрации азота в поток смеси добавляют поток гелия с расходом, превышающим не менее чем в два раза расход гелия на приготовление смеси [7].

Использован способ определения удельной поверхности твердых материалов, включающий помещение измельченного материала в термостатированную колонку хроматографа, дозирование в колонку последовательно в потоке газа-носителя проб растворов ряда углеводородов в бензоле в порядке повышения температуры кипения углеводородов, регистрацию хроматографических пиков детектором-катарометром, при этом для определения используют растворы углеводородов в бензоле, близкие к насыщению, для каждого углеводорода дозирование осуществляют двумя пробами разного объема, а регистрацию хроматографических пиков осуществляют при нескольких температурах, при которых пик углеводорода не сливается с пиком бензола [8].

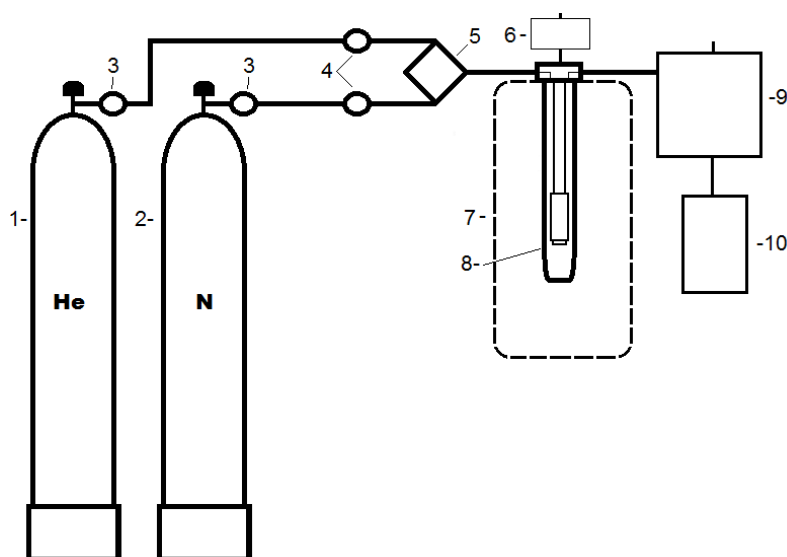


Рис. 2. Принципиальная схема прибора основанного, на методе низкотемпературной адсорбции газов: 1 – баллон с гелием; 2 – баллон с азотом; 3 – редукторы; 4 – регулятор расхода газа (РРГ); 5 – смеситель газов; 6 – клапан; 7 – адсорбер (сосуд Дьюара); 8 – ампула с держателем; 9 – буфер; 10 – датчик

Характеристики приборов для измерения удельной поверхности

Показатель	Сорботметр – М (РФ)	SORBI-MS (РФ)	ПСХ-12 (РФ)	NOVA 4200e (США)	SA 3100 (США)	V-Sorb 4800S (КНР)
Диапазон измерений, м ² /г	0,1–2000	0,1–2000	0,03–50	0,01–2000	0,01–2000	от 0,005
Погрешность, %	± 6	± 6	± 1,5	± 5	± 2	± 1
Время анализа, ч	3	2	–	Более 30	Около 180	–
Диапазон температур, °С	-195	-195	–	-195	-195	-195
Используемый газ	Азот или аргон (адсорбат), гелий (носитель)	Азот или аргон (адсорбат), гелий (носитель)	Воздух	Азот или аргон (адсорбат), Гелий (носитель)	Азот или аргон (адсорбат), гелий (носитель)	Азот или аргон (адсорбат), гелий (носитель)
Метод определения	БЭТ	БЭТ	Газопроницаемости Козени и Кармана	БЭТ	БЭТ	БЭТ
Цена, тыс. руб.	1200	1000	477	2000	1500	1626

Данное изобретение касается исследования структуры твердых материалов и может быть использовано для определения поверхности активных мезопорграфитированных электродов, коксов, полукоксов, горных пород, резиновой крошки и т.д.

Способ включает помещение испытуемого образца в объем, продуваемый стационарным потоком газовой смеси при атмосферном давлении, состоящей из газа-адсорбата, в качестве которого используют инертный газ с температурой кипения выше температуры кипения жидкого азота и газа-носителя, в качестве которого используют гелий. Охлаждают объем с образцом до температуры жидкого азота и выдерживают до установления динамического равновесия между газовой и адсорбционной фазами, после чего осуществляют нагревание образца и измерение изменения концентрации газа-адсорбата. Новым является то, что свободную часть объема с испытуемым образцом заполняют вставкой из материала с низкой общей поверхностью и низкой теплопроводностью, например из стекла или фторопласта [9].

Авторы предлагают предварительно перед сорбцией использовать камеру с источником, соединенную с камерой с исследуемым материалом, ее продувают инертным газом и вакуумируют. Измеряемый диапазон 0,001–1000 м²/г, т.е. удельную поверхность свыше

данного диапазона устройство определять не может, и, хотя процессы проходят при положительных и достаточно высоких температурах 500–550 °С, в процессе измерения используют инертные газы, такие как аргон [10].

В патенте авторами предложено, как комплексно определять структурные характеристики проводящих материалов. Измеряют не только удельную поверхность, но и радиус пор, и распределение удельной поверхности по радиусам пор. Для этого в способе определения структурных характеристик пористых проводящих материалов из электрохимических измерений, заключающемся в измерении емкости двойного электрического слоя путем наложения импульсов треугольной развертки, определение емкости ведут в диапазоне скоростей развертки потенциала. Удельную поверхность, радиус пор, распределение поверхности по радиусам пор рассчитывают по определенной формуле [11].

Способ заключается в том, что измерение производится по принципу просачивания воздуха через пористый материал с известной пористостью и влажностью. Образец известной длины и объема помещают в устройство, обеспечивающее измерение разности давлений на его входе и выходе и объема воздуха, протекшего через образец в стационарном режиме при давлении, близком к атмосферному.

На основе измеренных пористости, влажности, разности давлений между торцами образца и времени протекания через него измеренного объема воздуха рассчитывают удельную поверхность конденсированной фазы, удельную поверхность твердой фазы и потенциал влаги однородных пористых материалов по формулам [12].

В заявляемом способе, включающем помещение образца в объем, заполнение свободной части последнего вставкой с низкой общей поверхностью, продувание объема стационарным потоком газовой смеси, состоящей из газа-адсорбата, в качестве которого используют газ с температурой кипения выше либо равной температуре жидкого азота и газаносителя, охлаждение объема до температуры жидкого азота, выдержку до установления динамического равновесия между газовой и адсорбционной фазами, последующее нагревание образца и измерение изменения концентрации газа-адсорбата, продувание объема с образцом и вставкой осуществляют путем подачи газовой смеси над поверхностью образца [13].

В патенте предложено, что измерение производится по принципу просачивания воздуха через пористый материал с известной пористостью и влажностью. Образец известной длины и объема помещают в устройство, обеспечивающее измерение разности давле-

ний на его входе и выходе и объема воздуха, протекшего через образец в стационарном режиме при давлении, близком к атмосферному. На основе известных пористости, влажности, разности давлений между торцами образца и времени протекания через него измеренного объема воздуха рассчитывают удельную поверхность твердой фазы, удельную поверхность конденсированной фазы, коэффициент влагопроводности, потенциал влаги для однородных пористых материалов [14].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Анализ состояния вопроса измерения удельной поверхности дисперсных материалов показал, что самым применяемым остается лабораторный метод низкотемпературной адсорбции газов (метод БЭТ или МТД). Однако многочисленные серийно выпускаемые в России, США, Франции, Китае анализаторы имеют принципиально общую динамическую характеристику – длительное время анализа (1–2,5 ч), в связи с тем, что процессы адсорбции при отрицательных температурах протекают медленно. Такие скорости получения информации неприемлемы для АСУТП, так как не позволяют качественно управлять технологическим процессом. Задача поиска и разработки быстродействующего анализатора для определения удельной поверхности остается актуальной.

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта № 02.G25.31.0075 в рамках постановления Правительства Российской Федерации № 218 от 09.04.2010 г.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Langmuir I. The adsorption of gases on plane surfaces of glass, mica and platinum // *Journal of the American Chemical Society*. 1918. V. 40, N 9. P. 1361–1403.
2. Карнаузов А.П. Адсорбция. Текстура дисперсных и пористых материалов. Новосибирск: Наука. Сиб. предприятие РАН, 1999. 470 с.
3. Дерягин Н.Н., Захаева Б.В., Талаев М.В., Филипповский В.В. Определение удельной поверхности порошкообразных тел по сопротивлению фильтрации разреженного воздуха. М.: Изд-во АН СССР, 1957. 50 с.
4. Вячеславов А.С., Ефремова М.Е. Определение площади поверхности и пористости материалов методом сорбции газов: методическая разработка. М.: МГУ, 2011. 65 с.
5. Brunauer S., Emmett P. H., Teller E. Adsorption of gases in multimolecular layers // *J. Am. Chem. Soc.* 1938. V. 60. P. 309–319.
6. Farha O.K., Eryazici I., Jeong N.C., Hauser B.G., Wilmer C.E., Sarjeant A.A., Snurr R.Q., Nguyen S.T., Yazaydin A.Ö., Hupp J.T. Metal-Organic Framework Materials with Ultrahigh Surface Areas: Is the Sky the Limit? // *J. Am. Chem. Soc.* 2012. V. 134, N 36. P. 15016–15021
7. Пат. N 2150101, Российская Федерация. Способ определения удельной поверхности и устройство для его осуществления / Н.Н. Бобров. Оpubл. 27.05.2000.
8. Пат. N 2045033, Российская Федерация. Способ определения удельной поверхности твердых материалов / В.К. Кондратов. Оpubл. 27.09.1995.
9. Пат. N 2045054, Российская Федерация. Способ определения структурных характеристик пористых проводящих материалов / Л.П. Лазарева, В.В. Хабалов, В.И. Сафин. Оpubл. 27.09.1995.
10. Пат. N 2196319, Российская Федерация. Способ измерения удельной поверхности дисперсных и пористых материалов / А.Н. Бе-

лов, Л.П. Кирюшин, А.С. Леонов, П.П. Липишанов. Оpubл. 10.01.2003.

11. Пат. N 2569347, Российская Федерация. Способ измерения удельной поверхности материалов / В.П. Исаков, И.Э. Галев., Е.Н. Любезнова, Е.Н. Федоров. Оpubл. 20.11.2015.

12. Пат. N 2537750, Российская Федерация. Максимов И. И., Алексеев В. В., Максимов В. И. Аэродинамический способ определения удельной поверхности конденсированной фазы, удельной поверхности твердой фазы и потенциала влаги пористых материалов. Оpubл.

10.01.2015

13. Пат. N 2248553, Российская Федерация. Демидов М.Б., Титов В.П., Ванин Е.А. Способ измерения удельной поверхности дисперсных и пористых материалов и устройство для его осуществления. Оpubл. 20.03.2005

14. Пат. N 2230308, Российская Федерация. Сироткин В.М., Сироткин В.В. Аэродинамический способ определения удельной поверхности конденсированной фазы, удельной поверхности твердой фазы и потенциала влаги пористых материалов. Оpubл. 10.06.2004

REFERENCES

1. Langmuir I. The adsorption of gases on plane surfaces of glass, mica and platinum. *Journal of the American Chemical Society*. 1918, vol. 40, no. 9, pp. 1361–1403.

2. Karnaukhov A.P. *Adsorbtsiya. Tekstura dispersnykh i poristykh materialov* [The texture of dispersed and porous materials]. Novosibirsk, Nauka. Sib. predpriyatie RAN Publ., 1999, 470 p.

3. Deryagin N.N. Zakhavaeva B.V., Talaev M.V., Filippovskii V.V. *Opreделение udel'noi poverkhnosti poroshkoobraznykh tel po soprotivleniyu fill'trasii razrezhennogo vozdukha* [Determination of surface area of the powder bodies in rarefied air filtration resistance]. Moscow, AN SSSR Publ., 1957, 50 p.

4. Vyacheslavov A.S., Efremova M.E. *Opreделение ploshchadi poverkhnosti i poristosti materialov metodom sorbtsii gazov* [Determination of surface area and porosity of the materials by gas sorption]. Moscow, MGU Publ., 2011, 65 p.

5. Brunauer S., Emmett P.H., Teller E. Adsorption of gases in multimolecular layers. *J. Am. Chem. Soc.* 1938, vol. 60, pp. 309–319.

6. Farha O.K., Eryazici I., Jeong N.C., Hauser B.G., Wilmer C.E., Sarjeant A.A., Snurr R.Q., Nguyen S.T., Yazaydin A.Ö., Hupp J.T. Metal–Organic Framework Materials with Ultra-high Surface Areas: Is the Sky the Limit? *J. Am. Chem. Soc.* 2012, vol. 134, no. 36, pp. 15016–15021

7. Bobrov N.N. *Sposob opredeleniya udel'noi poverkhnosti i ustroistvo dlya ego osushchestvleniya* [Method for determining specific surface area and a device for its implementation]. Patent RF, no. 2150101, 2000.

8. Kondratov V.K. *Sposob opredeleniya udel'noi poverkhnosti tverdykh materialov* [Method for determining specific surface area of solid materials]. Patent RF, no. 2045033, 1995.

9. Lazareva L.P., Khabalov V.V., Safin V.I. *Sposob opredeleniya strukturnykh kharakteristik*

poristykh provodyashchikh materialov [A method for determining structural characteristics of porous conductive materials]. Patent RF, no. 2045054, 1995.

10. Belov A.N., Kiryushin L.P., Leonov A.S., Lipishanov P.P. *Sposob izmereniya udel'noi poverkhnosti dispersnykh i poristykh materialov* [Method of measuring specific surface area of dispersed and porous materials]. Patent RF, no. 2196319, 2003.

11. Isakov V.P., Galev I.E., Lyubeznova E.N., Fedorov E.N. *Sposob izmereniya udel'noy poverkhnosti materialov* [Method of measuring specific surface materials]. Patent RF, no. 2569347, 2015.

12. Maksimov I.I., Alekseev V.V., Maksimov V.I. *Aerodinamicheskii sposob opredeleniya udel'noi poverkhnosti kondensirovannoi fazy, udel'noi poverkhnosti tverdoi fazy i potentsiala vlagi poristykh materialov* [Aerodynamic method of determining the specific surface of the condensed phase, the specific surface of the solid phase and the moisture capacity of porous materials]. Patent RF, no. 2537750, 2015.

13. Demidov M.B., Titov V.P., Vanin E.A. *Sposob izmereniya udel'noi poverkhnosti dispersnykh i poristykh materialov i ustroistvo dlya ego osushchestvleniya* [A method for measuring the specific surface area of dispersed and porous materials and device for its implementation]. Patent RF, no. 2248553, 2005.

14. Sirotkin V.M., Sirotkin V.V. *Aerodinamicheskii sposob opredeleniya udel'noi poverkhnosti kondensirovannoi fazy, udel'noi poverkhnosti tverdoi fazy i potentsiala vlagi poristykh materialov* [Aerodynamic method of determining the specific surface of the condensed phase, the specific surface of the solid phase and the moisture capacity of porous materials]. Patent RF, no. 2230308, 2004.

Критерии авторства

Носенко А.А., Половнева С.И. выполнили экспериментальную работу, на основании полученных результатов провели обобщение и написали рукопись. Носенко А.А., Половнева С.И. имеют на статью равные авторские права и несут равную ответственность за плагиат.

Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ
Принадлежность к организации

Алексей А. Носенко

Иркутский национальный исследовательский технический университет
Аспирант
alexnosenco@rambler.ru

Светлана И. Половнева,

Иркутский национальный исследовательский технический университет
К.т.н., доцент кафедры автоматизации производственных процессов
polovneva_si@mail.ru

Поступила 12.12.2016

Contribution

Nosenko A.A., Polovneva S.I. carried out the experimental work, on the basis of the results summarized the material and wrote the manuscript. Nosenko A.A., Polovneva S.I. have equal author's rights and bear equal responsibility for plagiarism.

Conflict of interests

The authors declare no conflict of interests regarding the publication of this article.

AUTHORS' INDEX
Affiliation

Aleksei A. Nosenko

Irkutsk National Research Technical University,
Postgraduate
alexnosenco@rambler.ru

Svetlana I. Polovneva,

Irkutsk National Research Technical University,
Candidate of technical sciences, Associate
Professor of the Department of Automation of
Manufacturing Processes
polovneva_si@mail.ru

Received 12.12.2016