

# UN APARATO SENCILLO Y DE ALTA PRECISION PARA LA DETERMINACION DE AREAS ESPECIFICAS Y DEL TAMAÑO DE PORO DE SOLIDOS

U. NAVARRO, C. BALDRICH Y A. OVIEDO\*.

## RESUMEN

Se describe el principio del funcionamiento de un equipo que permite determinar las isothermas de adsorción de gases por sólidos a bajas temperaturas y se ilustra la forma de calcular el área específica y la distribución de tamaño de poro de los sólidos a partir de los datos de adsorción. Se utilizaron catalizadores de níquel metálico y de cromito de cobre; como adsorbato se empleó nitrógeno y los estudios de adsorción se realizaron a la temperatura del nitrógeno líquido.

## ABSTRACTS

This paper describes the principle of operation of an equipment that allows to determine the adsorption isotherms of gases by solids at low temperatures and explains the form of calculate the specific surface area and the distribution of pore size of solids from the adsorption data. For the experiment were employed catalysts of metallic Nickel and copper chromite; the adsorbate used was nitrogen and the adsorption studies were carried out at the liquid nitrogens temperature.

## INTRODUCCION

Uno de los métodos más frecuentemente empleados para la determinación de áreas específicas y el tamaño de poro de sólidos se basa en la medida de la adsorción de gases a bajas temperaturas.

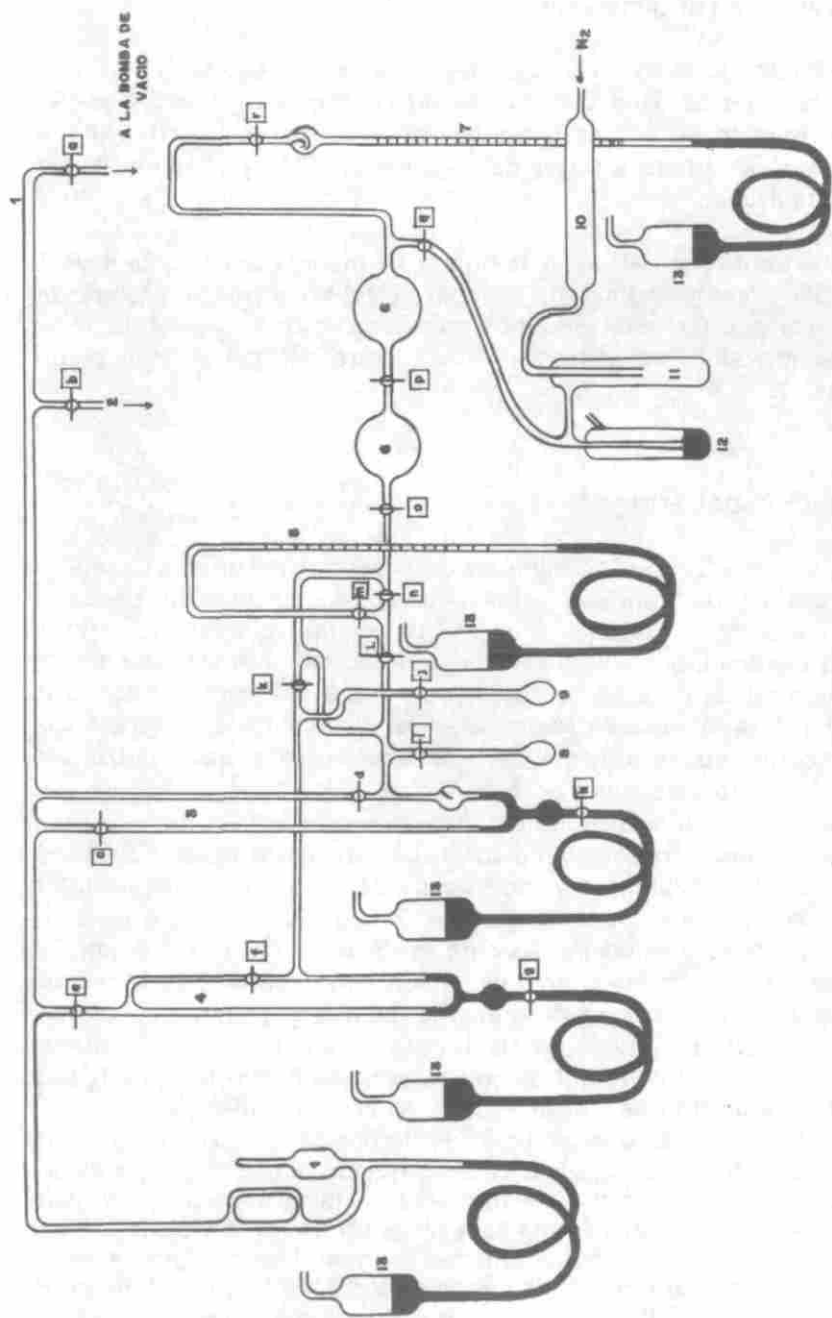
\* Profesor Asociado, Universidad Nacional de Colombia, Departamento de Química.

Los instrumentos convencionales utilizados para la determinación precisa de estos importantes parámetros de los adsorbentes, son a menudo bastante complicados y costosos, por lo que en muchas universidades y laboratorios de investigación no se cuenta con tales aparatos. Concientes de este problema y de la importancia que este tipo de medidas tiene en el campo de la catálisis heterogénea y en las investigaciones de la industria farmacéutica, se diseñó, construyó y calibró un aparato que permite determinar el área específica de los sólidos y realizar estudios de distribución del tamaño de poro a partir de las isothermas de adsorción de gases a bajas temperaturas. Entre las características de este equipo se incluyen: una buena precisión, una gran versatilidad y un fácil manejo.

#### DESCRIPCION Y PRINCIPIO DE OPERACION DEL APARATO

El equipo, cuyo montaje básico se muestra en el esquema No. 1, consta de las siguientes partes:

1. Línea de vacío, conectada a un manómetro de MacLeod que permite medir la presión interna antes de realizar las medidas.
2. Línea de conducción a la atmósfera.
3. Manómetro diferencial de punto cero.
4. Manómetro de referencia que permite medir cambios de presión debidos a la variación de la temperatura del medio refrigerante o a la evaporación del mismo.
5. Bureta de medida, de un volumen de 10 ml calibrada a la centésima de mililitro.
6. Ampollas de almacenamiento del adsorbato.
7. Bureta de seguridad, conectada a un depósito de mercurio que permite medir el volumen de adsorbato evacuado de las ampollas y chequear la presión de almacenamiento. Posee un volumen de 50 ml.
8. Cámara de adsorción conectada directamente al manómetro diferencial de punto cero.
9. Cámara de referencia conectada al manómetro de referencia.
10. Tubo de cloruro de calcio anhidro.



APARATO PARA DETERMINAR EL AREA ESPECIFICA DE SOLIDOS  
ESQUEMA N° 1

11. Trampa de aire líquido a través de la cual se pasa el adsorbato gaseoso para retirar los posibles contaminantes condensables.
12. Trampa de mercurio que permite introducir el adsorbato seco a las ampollas de almacenamiento.

El equipo se evacúa con las llaves b, q, g y h cerradas y con todas las demás abiertas. Una vez que se alcanza un vacío de  $2,1 \times 10^{-4}$  mm Hg, medido en el MacLeod, se cierran las llaves a, c, d, e, f y se introduce el adsorbato a través de las trampas 10, 11 y 12 abriendo lentamente la llave q.

Para transportar el gas a la bureta de medida se cierra la llave 1, se abre lentamente la llave n, se mide el volumen inicial a la presión atmosférica y la temperatura ambiente. Después de esta serie de pasos, el gas se introduce cuantitativamente al resto del aparato por medio de la llave 1.

#### CALIBRACION DEL EQUIPO

Antes de efectuar las medidas de adsorción es necesario calibrar el aparato en las condiciones de trabajo. La calibración tiene por objeto conocer el "volumen muerto" del equipo que hemos definido como la cantidad de gas que se debe admitir para alcanzar una presión dada en ausencia de adsorbente y en presencia del medio refrigerante. Con tal fin, se introducen las cámaras de adsorción y de referencia en nitrógeno líquido, se ajusta el cero del aparato en el manómetro diferencial de punto cero por medio de la llave h y, a través de la llave g, se introduce mercurio al manómetro de referencia. Con las llaves i, j y k, abiertas, se abre lentamente la llave 1 hasta alcanzar la presión de trabajo: se deja estabilizar y, con ayuda de la llave h, se determina la presión de equilibrio en el manómetro diferencial de punto cero. La estabilidad de la presión del sistema se chequea en el manómetro de referencia. Se determina el volumen a la presión atmosférica en la bureta de medida y la temperatura ambiente. La diferencia entre el volumen final y el volumen inicial en la bureta de medida es el "volumen muerto" a esta presión de trabajo. Se abre de nuevo la llave 1 hasta alcanzar una presión de trabajo mayor, se deja estabilizar, se determina la presión de equilibrio, el volumen en la bureta y la temperatura ambiente. La suma de los volúmenes determinados en las dos experiencias corresponde al "volumen muerto" para la nueva presión de trabajo. Procediendo de la misma forma para varias presiones de trabajo se logra la calibración completa. Los volúmenes así medidos se reducen a condiciones normales para construir una gráfica del volumen en función de la presión relativa  $P/P_0$ , siendo P la presión de trabajo y  $P_0$  la presión de saturación del gas a la temperatura del nitrógeno líquido ( $78,35^\circ\text{K}$ ).

Para la calibración se utilizó nitrógeno del 99,999% certificado por la casa Matheson. El valor de  $P_0$  en este caso es de 760 mm Hg.

La gráfica A de la Fig. 1 muestra la relación lineal existente entre el "volumen muerto" y la presión relativa. En la gráfica aparecen los valores de la pendiente y del intercepto de la recta hallados por el método de los mínimos cuadrados.

Como durante las experiencias no se observó variación en la presión de equilibrio, se descartó la utilización de la cámara y del manómetro de referencia con el fin de disminuir el "volumen muerto" y aumentar la precisión en las medidas. Procediendo de esta manera se obtuvieron los resultados que se muestran en la gráfica B de la Fig. 1. Estos resultados ponen en evidencia que en las condiciones de trabajo anteriormente expuestas, no es necesario incluir la cámara y el manómetro de referencia con lo cual se simplifica sustancialmente el método de operación para la obtención de las isotermas de adsorción.

#### OBTENCION DE LAS ISOTERMAS DE ADSORCION

Para determinar las isotermas de adsorción el sólido se degasifica al vacío a 200 °C durante una hora; luego se coloca una muestra pesada (0,020–0,030 g para muestras con área mayor de 500 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>; 0,030–0,10 g para muestras con área comprendida entre 100 y 500 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup> y 0,100–0,400g para muestras con área comprendida entre 1 y 100 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>) en la cámara de adsorción y se somete de nuevo a degasificación al vacío calentado con un baño de agua en ebullición durante una hora. Este tratamiento es suficiente para sólidos ordinarios que no contengan grandes cantidades de agua químiadsorbida.

En las medidas de adsorción se repite el procedimiento seguido en la calibración y los volúmenes así obtenidos se reducen a condiciones normales. Para hallar la cantidad de gas adsorbido a una presión determinada es necesario corregir el volumen total para eliminar el efecto del volumen muerto del equipo a la misma presión. Si se denota por  $V_a$  el volumen de gas adsorbido a una presión relativa determinada; por  $V'$  el volumen total de gas medido en presencia de la muestra a la misma presión relativa y por  $V''$  el "volumen muerto" correspondiente, se tiene:

$$V_a = \frac{V' - V''}{m} \quad (1)$$

donde  $m$  es la masa del sólido.

En los trabajos donde se requiera una mayor precisión es necesario hacer una corrección de los datos teniendo en cuenta el volumen ocupado por la muestra que se determina a partir de su gravedad específica.

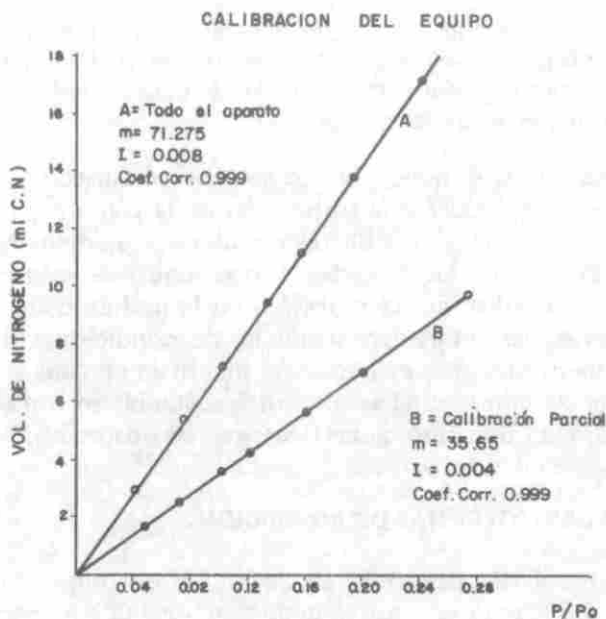


FIG. 1

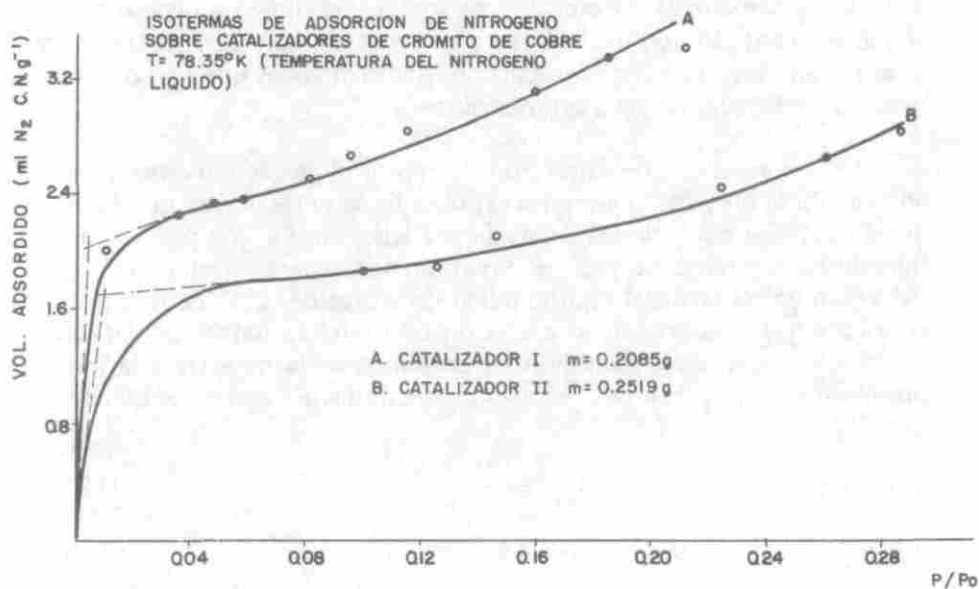


FIG. 2

Para realizar los ensayos se usaron los catalizadores de cromito de cobre (I y II) y los catalizadores de níquel metálico (III y IV).

El catalizador I se preparó de acuerdo al método de Adkins y Connors (1) y el catalizador II fue sintetizado según el método de W. Riener (2) de acuerdo a los procedimientos descritos por C. Baldrich y U. Navarro (3). Los catalizadores III y IV se obtuvieron de acuerdo con el método de A. E. Bailey (4) siguiendo las técnicas descritas por J. Nieto y F. Guzman (5).

En las tablas I y II se presentan los resultados obtenidos para las isotermas de adsorción de nitrógeno sobre los catalizadores de cromito de cobre y de níquel metálico. En la primera columna de estas tablas aparece el volumen total de nitrógeno medido en presencia de la muestra, la segunda columna muestra el volumen adsorbido por gramo, obtenido de acuerdo a la fórmula (1) y en la tercera columna se presentan los valores de la presión relativa  $P/P_0$ .

Tabla No. 1

Isoterma de adsorción de Nitrógeno sobre Cromito de Cobre  
 $T = 78,35 \text{ }^\circ\text{K}$

CATALIZADOR I (m = 0,2085 g)			CATALIZADOR II (m = 0,2519 g)		
Vol. Tot. C.N. (ml)	Vol. Ads. C.N. (ml. g <sup>-1</sup> )	P/P <sub>0</sub>	Vol. Tot. C. N. (ml)	Vol. Ads. C. N. (ml.g <sup>-1</sup> )	P/P <sub>0</sub>
0,79	2,01	0,0105	1,42	1,63	0,0283
1,27	2,15	0,0230	1,90	1,66	0,0414
1,76	2,24	0,0362	2,42	1,77	0,0553
2,20	2,33	0,0480	2,92	1,80	0,0691
2,56	2,36	0,0579	3,42	1,82	0,0829
3,43	2,51	0,0816	4,06	1,86	0,1006
3,94	2,68	0,0947	4,97	1,89	0,1260
4,75	2,88	0,1164	5,74	2,11	0,1460
6,35	3,12	0,1599	8,59	2,44	0,2237
7,31	3,34	0,1855	9,98	2,66	0,2612
8,31	3,40	0,2131	10,99	2,84	0,2882

Tabla No. 2

Isotermas de Adsorción de Nitrógeno sobre Catalizadores de  
Níquel Metálico  $T = 78,35 \text{ }^\circ\text{K}$

CATALIZADOR III ( $m = 0,2324 \text{ g}$ )			CATALIZADOR IV ( $m = 0,2418 \text{ g}$ )		
Vol. Tot. C. N. (ml)	Vol. Ads. C. N. ( $\text{ml.g}^{-1}$ )	$P / P_0$	Vol. Tot. C. N. (ml)	Vol. Ads. C. N. ( $\text{ml.g}^{-1}$ )	$P / P_0$
1,14	1,49	0,0223	0,83	1,11	0,0157
2,04	1,70	0,0460	1,39	1,19	0,0309
3,10	1,73	0,0756	2,43	1,22	0,0599
3,99	1,83	0,1000	3,02	1,52	0,0743
5,04	1,78	0,1296	3,54	1,65	0,0880
5,97	1,87	0,1552	4,64	1,63	0,1190
6,87	1,88	0,1802	5,97	1,80	0,1552
7,48	2,00	0,1967	7,77	1,94	0,2046
8,32	2,10	0,2197	8,56	2,03	0,2263
9,35	2,16	0,2480	9,45	2,20	0,2480
10,50	2,18	0,2802	10,05	2,29	0,2664

NOTA: Para las cuatro isotermas se utilizó la calibración parcial del equipo (recta B fig. 1).

Estos resultados se muestran en las figuras 2 y 3 donde se grafica el volumen adsorbido por gramo en función de la presión relativa. Las isotermas obtenidas en todos los casos corresponden al tipo II descrito por S. Brunaver, P. Emmett y E. Teller<sup>6</sup> para la fisiadsorción de gases por sólidos en la cual se admite la adsorción en multicapa.

#### DETERMINACION DEL AREA ESPECIFICA DE ADSORBENTES

Para calcular el área específica de los sólidos se requiere conocer el valor de  $V_m$ , es decir, el volumen de adsorbato necesario para cubrir la superficie del adsorbente con una capa de espesor monomolecular. Para hallar el volumen de la monocapa se utilizan el método del "punto B" y el método BET<sup>6</sup>.

El método del "Punto B", como se ilustra en las figuras 2 y 3, consiste en determinar el punto de intersección de la tangente trazada



ISOTERMAS DE ADSORCION DE NITROGENO SOBRE  
 CATALIZADORES DE NIQUEL ACTIVO  
 T=78.35° K (TEMPERATURA DEL NITROGENO LIQUIDO)

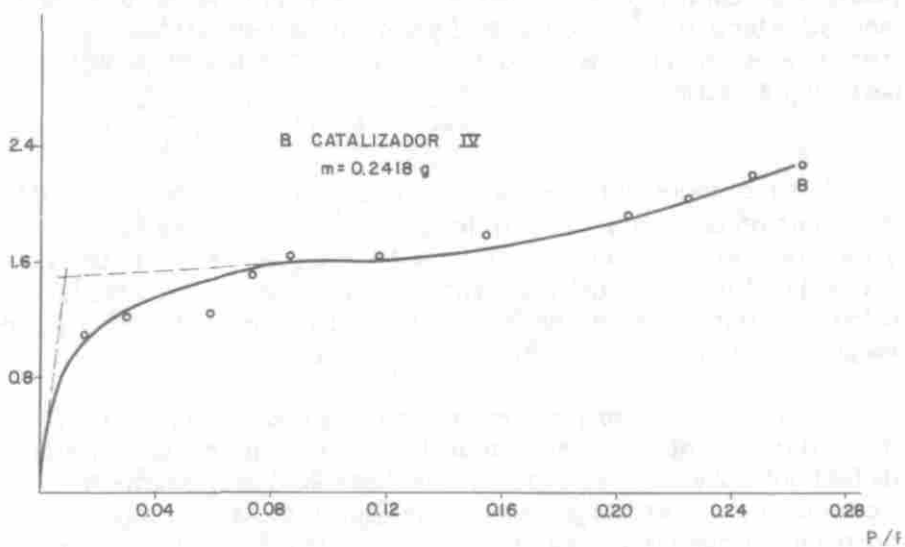
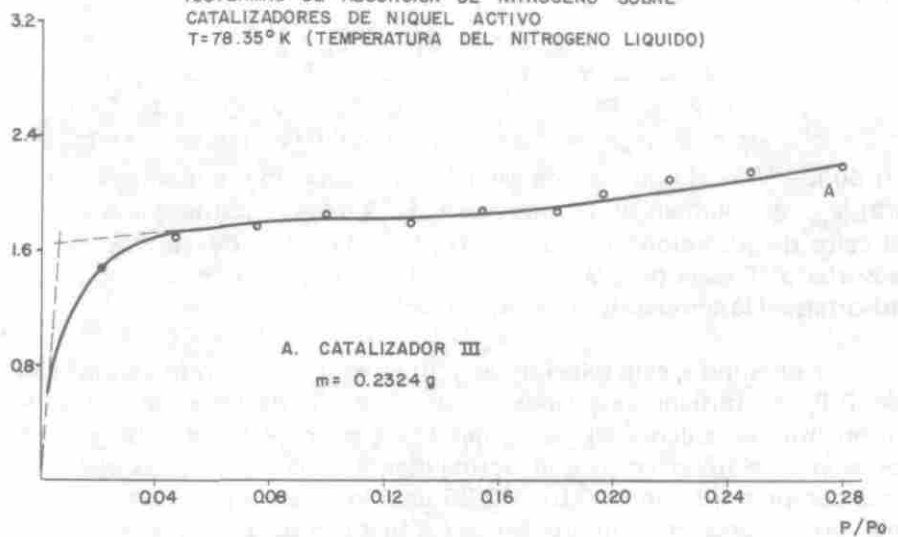


FIG. 3

en el origen de la isoterma con la tangente trazada en la zona de formación de la monocapa, la ordenada de este punto representa el volumen de adsorbato necesario para cubrir la superficie del sólido con una capa monomolecular. Este método permite determinar en forma rápida y sencilla el valor de  $V_m$  pero, como se basa fundamentalmente en una aproximación gráfica, está sujeto a un error considerable, sobre todo cuando las isotermas no están bien definidas.

El método BET permite determinar de manera precisa el volumen de la monocapa. La ecuación de trabajo tiene la forma:

$$\frac{P}{V(P_0 - P)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{C-1}{V_m C} \cdot \frac{P}{P_0} \quad (2)$$

en donde  $V$  es el volumen de gas (C. N.) adsorbido por gramo de muestra;  $V_m$ , el volumen de la monocapa;  $C$  es una constante que relaciona el calor de adsorción de la primera capa con el calor de licuefacción del adsorbato;  $P$  es la presión de trabajo y  $P_0$  la presión de saturación del adsorbato a la temperatura del medio refrigerante.

Si se cumple esta relación, al graficar el primer término en función de  $P/P_0$  se obtiene una línea recta y a partir de la pendiente y del intercepto se calcula el valor de  $V_m$ . Sin embargo, el intervalo de presiones relativas en el que normalmente se cumple la ecuación (2) está comprendido entre 0,07 y 0,35 debido a que a presiones relativas mayores la presencia simultánea de los fenómenos de adsorción en multicapa y de condensación capilar hacen crecer anormalmente el volumen adsorbido y a presiones relativas menores que 0,07 la cantidad adsorbida es; en algunos casos tan pequeña, que los datos se hacen bastante imprecisos.

Los resultados obtenidos al aplicar la ecuación (2) a las isotermas de adsorción de nitrógeno sobre los catalizadores de cromito de cobre y de níquel se muestran en las figuras 4 y 5 respectivamente. Los valores de la pendiente y del intercepto de cada una de las rectas fueron calculados por el método de los mínimos cuadrados y se presentan en las gráficas respectivas.

En la Tabla III se resumen los resultados obtenidos al aplicar el método del "punto B" y el método BET a las isotermas de adsorción de las figuras 2 y 3. En esta tabla se muestran también los datos de otras isotermas no reportadas anteriormente, que presentan el mismo comportamiento que las ya descritas. Para cada uno de los casos se reporta el área del catalizador en  $\text{m}^2\text{g}^{-1}$  obtenida al asumir una sección transversal de  $16,27 \text{ \AA}^2$  para la molécula de nitrógeno<sup>7</sup>.

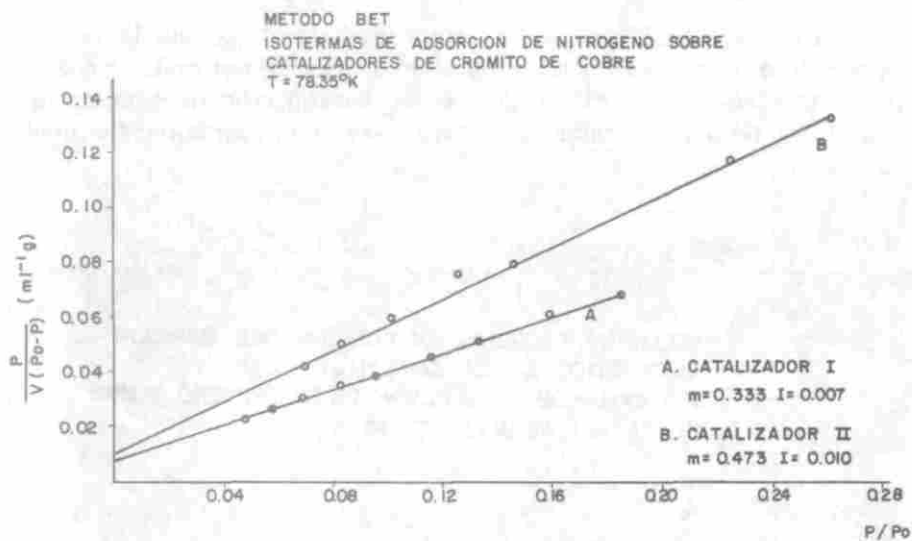


FIG. 4

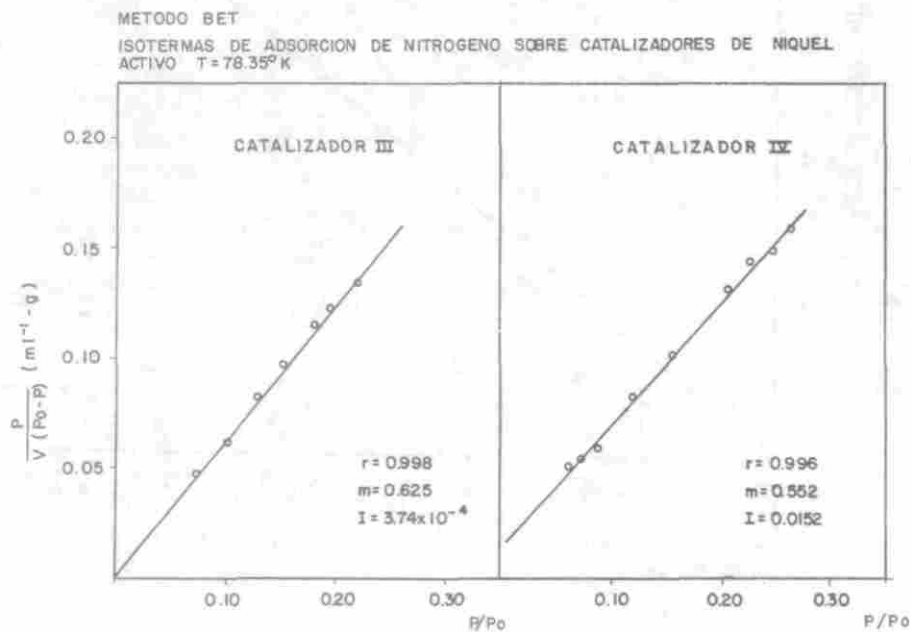


FIG. 5

Al confrontar los resultados presentados en esta tabla se observa una mayor dispersión en los datos obtenidos por el método del "punto B". No obstante, dicho método puede ser muy útil en los estudios de áreas específicas de catalizadores en el campo tecnológico donde se requiere un dato apreciativo.

El método BET conduce a resultados bastante concordantes y de mayor credibilidad ya que elimina el error asociado al método gráfico, por esta razón, es el más indicado en investigación de catalizadores cuando se requiere obtener una imagen más real acerca del fenómeno superficial.

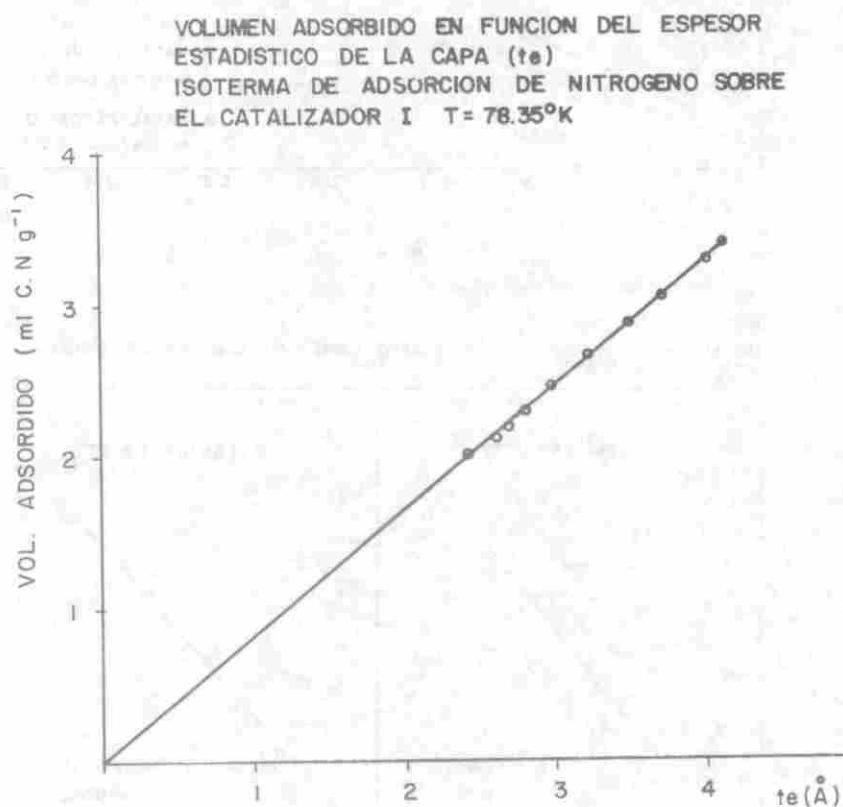


Figura No. 6

Otra aplicación de las medidas de adsorción tiene que ver con la determinación del tamaño del poro de los adsorbentes. Las primeras ideas al respecto se deben a Lord Kelvin quien observó que la presión de vapor de un líquido contenido en un capilar de diámetro pequeño es menor que el vapor predicho para una superficie libre. Si se considera un capilar parcialmente lleno con un líquido de tensión superficial  $\gamma$ , el cambio de energía libre  $n\Delta G$ , debido a la evaporación de un elemento diferencial de volumen es igual al cambio de superficie multiplicado por la tensión superficial, donde  $n = dV/V_M$  y  $V_M$  es el volumen molar del líquido

$$n\Delta G = (2\pi r dl)\gamma \cos \alpha = -nRT \left( \ln \frac{P}{P_0} \right) \quad (3)$$

$$n = dV/V_M = \pi r^2 dl/V_M$$

de donde 
$$\ln \frac{P}{P_0} = \frac{\gamma V_M 2\pi r dl}{(\pi r^2 dl) RT} \quad (4)$$

$$\cos \alpha = 1$$

$$r = \frac{2\gamma V_M}{RT \ln(P_0/P)} \quad (5)$$

donde  $r$  es el radio del capilar y  $\alpha$  el ángulo de contacto del líquido con la superficie.

La ecuación (5) es la forma común de la relación de Kelvin en la que se asume un ángulo de contacto igual a cero. Esta ecuación establece que la presión a la cual ocurrirá la condensación o la evaporación es menor que la presión del vapor para la superficie libre, si el radio del capilar es lo suficientemente pequeño para un líquido dado<sup>8</sup>.

Este planteamiento no explica adecuadamente el rápido incremento del volumen adsorbido al aumentar la presión relativa observado en la parte superior de las isothermas del tipo II, por lo cual, Wheeler<sup>9</sup>, propone una teoría que combina la adsorción en multicapa y la condensación capilar, que permite evaluar la distribución del tamaño de poro. En el desarrollo de esta teoría el autor postula que el radio de poro calculado por medio de la ecuación de Kelvin no es el radio del poro vacío, sino el del orificio dejado en el poro luego de la formación de la multicapa y propuso la siguiente ecuación

Tabla No. 3

Valores del volumen de la monocapa y del área específica de los catalizadores de cromito de cobre y de níquel activo

III A. METODO DEL "PUNTO B"				
Catalizador	$V_m$ (ml $N_2$ C.N.g <sup>-1</sup> )		Area específica (m <sup>2</sup> .g <sup>-1</sup> )	
I	2,22		9,70	
	2,56		11,20	
	2,34		10,20	
	2,75		12,00	
		$A = 10,77$		
II	1,81		7,90	
	1,83		8,00	
	1,90		8,30	
	1,95		8,50	
	2,00		8,70	
		$A = 8,28$		
III	1,65		7,21	
	1,52		6,64	
		$A = 6,92$		
IV	1,62		6,64	
	1,62		7,08	
		$A = 6,86$		
III B. METODO DEL "PUNTO B"				
Catalizador	Pendiente de la recta	Intercepto	$V_m$ (ml $N_2$ C. N. g <sup>-1</sup> )	Area específica (m <sup>2</sup> .g <sup>-1</sup> )
I	0,333	0,007	2,94	12,85
	0,335	0,006	2,93	12,81
	0,362	0,003	2,74	12,00
	0,350	0,005	2,82	12,33
		$\bar{A} = 12,50$		
II	0,473	0,010	2,07	9,05
	0,476	0,010	2,05	9,00
	0,482	0,002	2,07	9,05
	0,452	0,015	2,14	9,35

Catalizador	Pendiente de la recta	Intercepto	$V_m$ (ml N <sub>2</sub> C.N. g <sup>-1</sup> )	Area específica (m <sup>2</sup> . g <sup>-1</sup> )
II	0,429	0,015	2,25	9,83
				$\bar{A} = 9,26$
III	0,625	0,0004	1,60	6,99
	0,614	0,0004	1,61	7,04
				$\bar{A} = 7,02$
IV	0,552	0,0015	1,76	7,69
	0,540	0,0080	1,82	7,95
				$\bar{A} = 7,82$

$$R_c = t_e - \frac{2\gamma V_M}{RT \ln P/P_0} \quad (6)$$

donde  $t_e$  es el espesor estadístico de la capa adsorbida y  $R_c$  es el radio de Kelvin corregido o radio crítico del poro, que recibe esta denominación debido a que a una presión relativa dada, todos los poros con menor radio que  $R_c$  se encuentran llenos con adsorbato ligado por adsorción en multipaca y por condensación capilar.

Para el cálculo del espesor estadístico de la capa adsorbida C.G. Shull<sup>10</sup> propuso la siguiente ecuación

$$T_e = (V_L/S) \cdot 10^4 \text{ \AA} = (M V_{esp}/22414)(V_a/S) \cdot 10^4 \text{ \AA} \quad (7)$$

en la cual  $V_L$  es el volumen adsorbido en mililitros de adsorbato líquido;  $S$ , el área específica del adsorbente en m<sup>2</sup>/g;  $M$ , el peso molecular del adsorbato;  $V_{esp}$ , el volumen específico del adsorbato en ml/g a la temperatura del experimento y  $V_a$ , el volumen adsorbido en ml de gas en condiciones normales por gramo de adsorbente. Al reemplazar las constantes para el nitrógeno a la temperatura de nitrógeno líquido, (78,35 °K) se obtiene

$$t_e = 15,47(V_a/S) \quad (8)$$

y si en esta ecuación se reemplaza  $S$  por el valor  $4,371 V_m$ , se obtiene

$$t_e = 3,54(V_a/V_m) \quad (9)$$

ecuación que permite calcular el espesor estadístico de la capa para las diferentes presiones del experimento.

La teoría de Wheeler puede resumirse en la siguiente ecuación

$$V_s - V_a = \pi \int_{2c}^{\infty} (r - t_e)^2 \cdot L(r) dr \quad (10)$$

en la cual  $V_s$  es el volumen de gas adsorbido a la presión de saturación  $P_0$ ;  $V_a$ , el volumen adsorbido a una presión intermedia  $P$ ;  $L(r) dr$  es la longitud total de los poros cuyo radio está comprendido entre  $r$  y  $r+dr$ ;  $R_c$  es el radio de Kelvin corregido y  $t_e$  es el espesor estadístico de la capa a la presión  $P$ .

Esta ecuación establece que el volumen de gas no adsorbido a una presión  $P$ , es decir  $V_s - V_a$ , es igual al volumen total de los poros que no han sido llenados. Los valores de  $V_s$  y de  $V_a$  se pueden conocer a partir de los datos experimentales y se calcula una distribución de tamaño de poro  $L(r)$  que integrada, concuerda con los datos.

La distribución del tamaño de poro puede (según Wheeler) ser representada por formas analíticas simples de las distribuciones de Gauss o de Maxwell.

El éxito en la utilización de la ecuación (10) consiste en hallar la función  $L(r)$  adecuada.

Como se puede observar, para conocer la distribución del tamaño de poro es necesario trabajar a presiones relativas cercanas a la unidad, con el fin de asegurar que todos los poros se llenen de adsorbato y poder determinar así el valor de  $V_s$ .

Dado que en las experiencias realizadas la mayor presión relativa utilizada fue 0,288, se hace imposible determinar la distribución del tamaño de poro a partir de los datos experimentales. A pesar de esto, se realizó el cálculo del tamaño del poro en función de la presión relativa y del volumen adsorbido, para los datos de la isoterma de adsorción de nitrógeno sobre el catalizador I de cromito de cobre que se presentan en la tabla II, con el objeto de ilustrar el método.

Los resultados obtenidos se encuentran en la tabla IV; el espesor estadístico de la capa se obtuvo por aplicación de la ecuación (9) y el radio de poro mediante las ecuaciones (5) y (10).

La relación lineal obtenida al graficar el volumen adsorbido en función del espesor estadístico de la capa, pone de manifiesto que en el intervalo de presiones relativas utilizado en los experimentos, la condensación capilar ocurre preferencialmente a nivel de los poros más



Tabla No. 4

Radio del poro en función de la presión relativa.

Isoterma de adsorción de nitrógeno sobre  
catalizador I de cromito de cobre.  $T = 78,35 \text{ } ^\circ\text{K}$ 

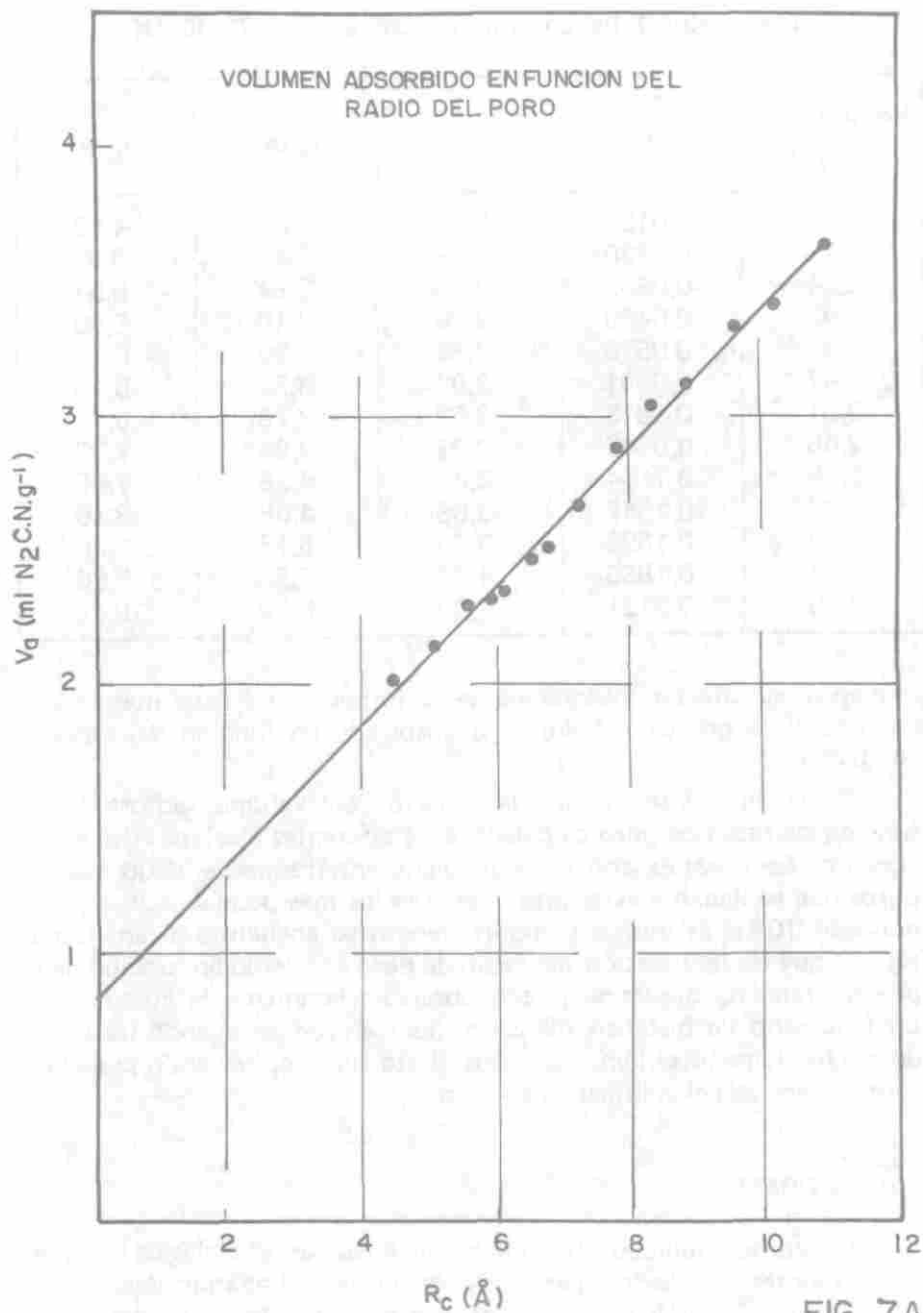
Vol. Ads. C. N. (ml. g <sup>-1</sup> )	P/P <sub>0</sub>	t <sub>e</sub> (Å)	r <sub>k</sub> (Å)	R <sub>c</sub> (Å)
2,01	0,0105	2,42	2,06	4,48
2,15	0,0230	2,59	2,49	5,08
2,24	0,0362	2,70	2,84	5,54
2,33	0,0480	2,80	3,10	5,90
2,34	0,0579	2,82	3,30	6,12
2,47	0,0691	2,97	3,52	6,49
2,51	0,0816	3,02	3,75	6,77
2,68	0,0947	3,23	3,99	7,22
2,88	0,1164	3,47	4,38	7,85
3,06	0,1342	3,68	4,68	8,36
3,12	0,1599	3,76	5,13	8,89
3,34	0,1855	4,02	5,58	9,60
3,40	0,2131	4,09	6,09	10,18

pequeños, sin afectar marcadamente la forma de las isotermas de adsorción, ni la gráfica del volumen absorbido en función del espesor estadístico.

En la fig. 7A se muestra la variación del volumen adsorbido en función de radio de poro calculado a las diferentes presiones del experimento. Esta gráfica corrobora lo dicho anteriormente, dado que los poros que se llenan a estas presiones, son los más pequeños (radio menor que 10Å). El mismo comportamiento se encuentra al analizar la fig. 7B que da la variación del radio de poro corregido en función de la presión relativa, donde se puede observar claramente la ausencia de un fenómeno de histéresis marcado, que se produce cuando los poros de mayor tamaño se llenan con adsorbato líquido, haciendo crecer en forma exagerada el volumen adsorbido.

## CONCLUSIONES

- La reproducibilidad obtenida en las áreas superficiales de los catalizadores estudiados, permite concluir que el aparato descrito en el presente artículo puede utilizarse para determinar, en forma rápida y sencilla, la capacidad de adsorción de cualquier sólido



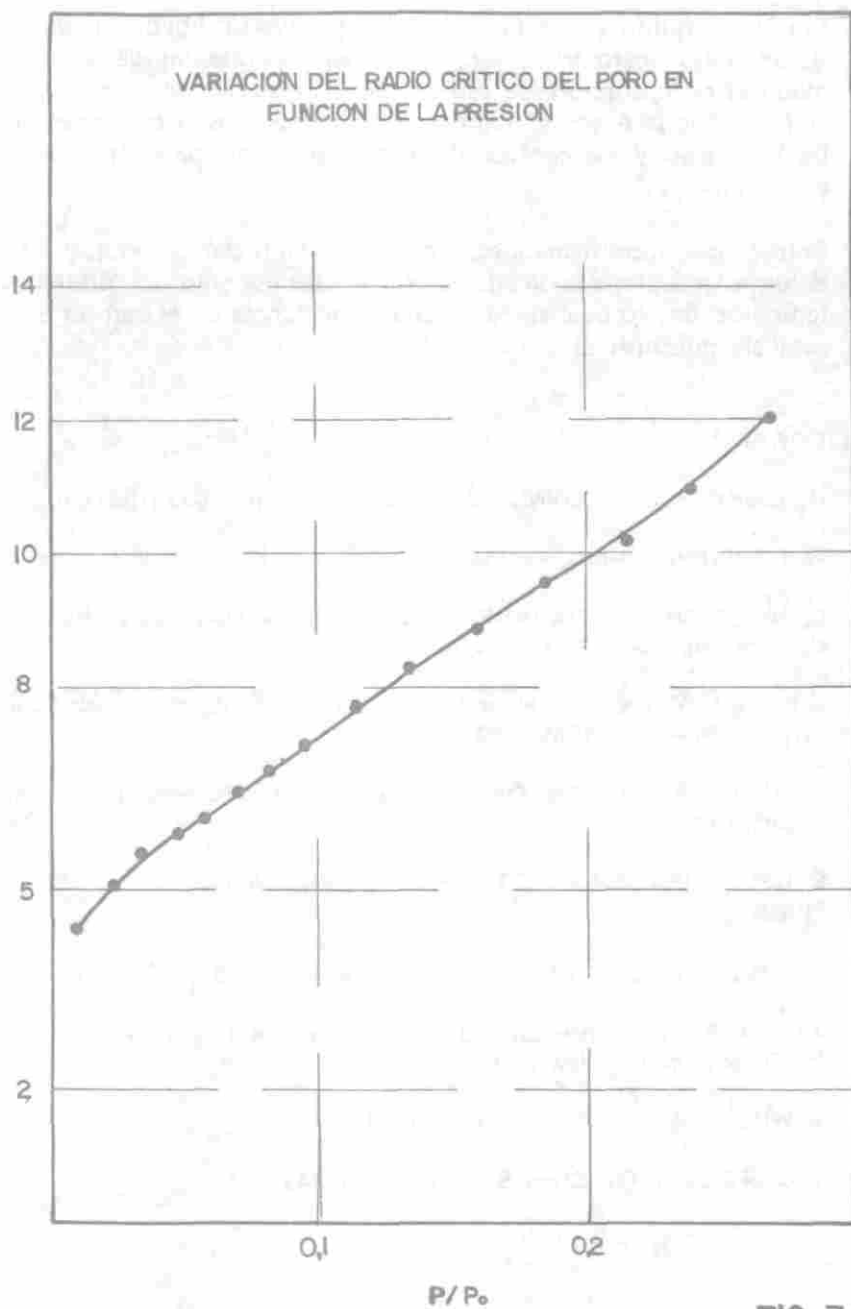


FIG. 7 B

que tenga un área específica superior a  $1 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ . Para sólidos con áreas específicas inferiores, es necesario modificar el sistema de medida, con el fin de aumentar su sensibilidad y poder obtener resultados óptimos.

- Como el equipo es de fácil manejo, gran versatilidad, buena precisión, bajo costo y en él se pueden realizar rápidamente las medidas de adsorción, se espera que su divulgación y generalización se traduzca en un factor de solución a las necesidades que las industrias y los centros de investigación del país afrontan en este campo.
- Con pocas modificaciones, se puede emplear el equipo para determinar isotermas de adsorción de gases por sólidos a diferentes temperaturas, lo cual tiene mucha importancia en el campo de la catálisis heterogénea.

#### BIBLIOGRAFIA

1. H. ADSKINS and R. CONNOR. J. Am. Chem. Soc., **53**, 1092 (1931).
2. W. T. RIENER. J. Am. Chem. Soc., **71**, 1130 (1949).
3. C. BALDRICH y U. NAVARRO. Tesis de Grado. Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, 1982. P. 33 y 34.
4. A.E. BAILEY. Industrial oil and fat products. 2<sup>nd</sup> ed. Interscience Publishers. INC New York, 1945 p. 591.
5. J. NIETO y F. GUZMAN. Tesis de grado. Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, 1982.
6. S. BRUNAUER, P. EMMETT and E. TELLER J. Am. Chem. Soc., **60**, 309 (1938).
7. P. EMMETT and S. BRUNAUER. J. Am. Chem. Soc., **59**, 310 (1937).
8. J.J. CARBERRY. Chemical and catalytic reaction Engineering Mc. Graw Hill Book Company. New York, 1976.
9. A. WHEELER. Adv. in Catalysis **3**, 314 (1951).
10. C. G. SHULL. J. Am. Chem. Soc., **70**, 1405 (1948).