2^{η} Ετήσια Έκθεση

ΘΑΛΗΣ - *Nanocapillary*

MIS 375233

ΠΕΡΙΟΔΟΣ ΑΝΑΦΟΡΑΣ: 1/1/2013-31/12/2013

<u>Πρόλογος:</u>

Η παρούσα έκθεση αποτελεί παραδοτέο που εκπονήθηκε στα πλαίσια του έργου Θαλής με τίτλο «NANOCAPILLARY», το οποίο συγχρηματοδοτείται από την Ευρωπαϊκή Ένωση (Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο) και εθνικούς πόρους στο πλαίσιο του Επιχειρησιακού Προγράμματος «Εκπαίδευση και Διά Βίου Μάθηση»

Στα πλαίσια του προγράμματος «Θαλής – ΤΕΙ Καβάλας-Nanocapillary» κρίθηκε μείζονος σημασίας η συλλογή και καταγραφή της επιστημονικής δραστηριότητας και των επιτευγμάτων που αφορούν τα υπό μελέτη νανοπορώδη υλικά ως προς την παρασκευή τους, την τροποποίησή τους καθώς και την εφαρμογή τους σε πειράματα μελέτης ροής ρευστού δια μέσω της δομής τους, μέχρι σήμερα.

<u>Στόχος</u>

Για να επιτευχθεί ο στόχος δημιουργήθηκε η αναγκαιότητα λήψης αποφάσεων λαμβάνοντας υπόψη τα κάτωθι δεδομένα:

- Αν έχει πραγματοποιηθεί άλλη έρευνα με το ίδιο πρόβλημα
- Αν ναι τι αποτελέσματα ανέκυψαν
- Ποιες μέθοδοι χρησιμοποιήθηκαν
- Η σημαντικότητα , καινοτομία, πρωτοτυπία του ερευνητικού προβλήματος
- Εντοπισμός και έλεγχος τάσεων και μεταβολών στη διάρκεια του χρόνου

Το NANOCAPILLARY σχεδιάζεται έτσι ώστε να είναι απολύτως φιλικό στον χρήστη, να του παρέχει τις βασικές αρχές σκέδασης και προσρόφησης, να καλύπτει όλο το φάσμα των πορωδών υλικών (ultra, micro, meso και macro) και συγχρόνως να επιτρέπει την επεξεργασία των αποτελεσμάτων με προχωρημένες μεθόδους.

Το υποέργο πέραν των άλλων διακρίνεται και για την ρεαλιστικότητα του παραδοτέου του που είναι το υπό ανάπτυξη λογισμικό. Αξίζει να σημειωθεί ότι στην παγκόσμια αγορά δεν

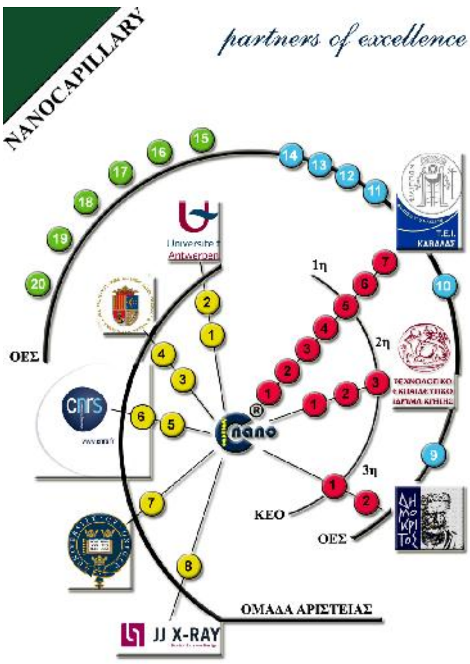
Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

υφίσταται ανάλογο ελεύθερο λογισμικό και τα τυχόν υπάρχοντα δεν επικοινωνούν μεταξύ τους αφού συνοδεύονται από προσφερόμενο hardware.

Με την συμμετοχή των δύο ερευνητικών ομάδων (ΚΕΟ και ΟΕΣ πραγματοποιήθηκαν:

- Καταγραφή των εργασιών
- Επιστημονική επεξεργασία και σύνταξη εκθέσεων
- Συνεχής αξιολόγηση (on going evaluation) της πορείας του έργου
- Διαμόρφωση και πιλοτική εφαρμογή ιστοσελίδας
- Τήρηση του χρονοδιαγράμματος

<u>Ομάδες Έργου:</u>



Το πρόγραμμα εκπονείται από την (ΚΕΟ) κύρια ερευνητική ομάδα και την (ΟΕΣ) Ομάδα Εξωτερικών Συνεργατών , που όσον αφορά την παρούσα έκθεση έχει την εξής σύνθεση:

ΚΕΟ

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης
ΕΣΠΑ 2007-2013
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ

1. Ομάδα ΤΕΙ Καβάλας
2. Ομάδα ΤΕΙ Κρήτης
3. Ερευνητικό Κέντρο Δημόκριτος

ΟΕΣ

Ιδιαίτερη αναφορά στη συνεργασία με 5 διακεκριμένα Πανεπιστήμια και Ερευνητικά Κέντρα του εξωτερικού:

1. University of Antwerp
2. University of Oxford
3. University of Alicante
4. CNRS
5. JJ X-Ray Systems ApS

<u>Μεθοδολογία:</u>

Η μεθοδολογία που περιγράφεται παρακάτω αποτελεί μια συστηματική προσπάθεια προσέγγισης. Παρουσιάστηκε σε μία πρωτόλεια αλλά ταυτόχρονα σε μία άκρως οργανωμένη μορφή, «Log Book», και στην οριστική της μορφή διαμορφώθηκε με την παρούσα έκθεση. Το βιβλίο καταγραφής (log book) αποσκοπεί στην ακριβή καταγραφή όλων των σκέψεων και υπολογισμών ή βημάτων που ακολουθήθηκαν μπορούν να χρησιμοποιηθούν ακόμα και σήμερα με απώτερο στόχο την εξαγωγή συμπερασμάτων αλλά και αναπαραγωγή των διάφορων υπολογισμών ή πειραμάτων.

Το Log Book δημιουργήθηκε χρησιμοποιώντας:

- Περιγραφικές επικεφαλίδες,
- Λίστα των οργάνων μέτρησης που χρησιμοποιούνται
- Σχεδιαγράμματα της πειραματικής διάταξης
- Παρατηρούμενα δεδομένα.

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

Η παρούσα έκθεση περιλαμβάνει στο κυρίως τμήμα της, την εισαγωγή, τον στόχο, την μεθοδολογία, τις ομάδες έργου και το Nanocapillary.

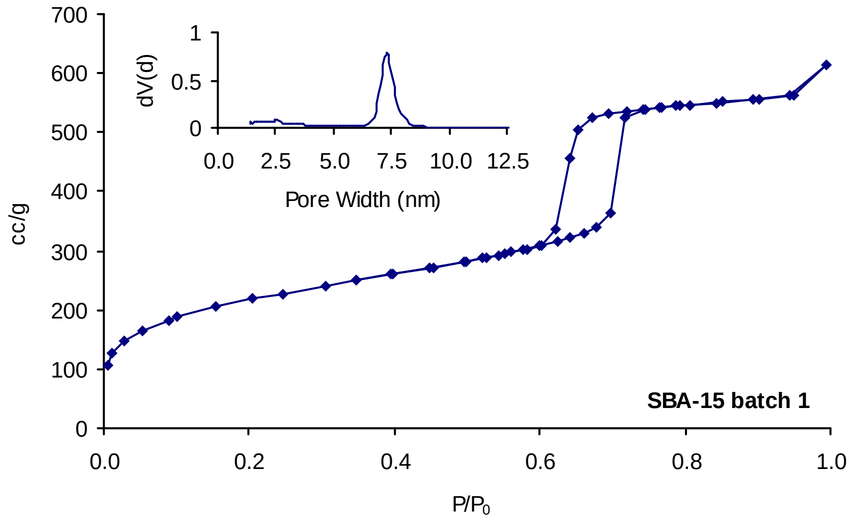
Κατά τους αναφερόμενους μήνες πραγματοποιήθηκαν τα εξής, ανά πακέτο εργασίας, του εγκεκριμένου ΤΔ του έργου:

Π.Ε.1. Όσον αφορά την κατασκευή του 1^{ου} περιστρεφόμενου κελιού και συγκεκριμένα στα θέματα που αφορούν σε κρίσιμες κατασκευαστικές λεπτομέρειες ως προς αυτές καθέ αυτές τις απαιτήσεις του σχεδιασμένου πειράματος *in situ* ρόφησης και σκέδασης ακτίνων–Χ σε συνθήκες περιστροφής. Συναρμολογήσαμε και τοποθετήσαμε το περιστρεφόμενο κελί στην διάταξη μικρογωνιακής σκέδασης ακτίνων – Χ στο εργαστήριο του ΤΕΙ ΑΜΘ. Αναλυτική αναφορά δοκιμής του κελιού έχει ήδη κατατεθεί από τα μέλη της Ε.Ο.

Π.Ε. 2. Τα δύο νέα υλικά σίλικας με οργανωμένη μεσοπορώδη δομή, τα οποία παρασκευάστηκαν στους τελευταίους μήνες του προηγούμενου ημερολογιακού έτους, και η συνθετική τους πορεία αναφέρεται στην προηγούμενη έκθεση πεπραγμένων χαρακτηρίστηκαν με ποροσιμετρία N_2 στους 77 K.

ΔΕΙΓΜΑ SBA-15_b1

Στην εικόνα 1 φαίνεται η ισόθερμη ρόφησης αζώτου για το δείγμα SBA-15 b1. Η ισόθερμη είναι τύπου IV, σύμφωνα με την κατά IUPAC κατηγοριοποίηση, με χαρακτηριστικό βρόγχο υστέρησης τύπου H1, ο οποίος μάλιστα εμφανίζεται σε σχετικά υψηλές σχετικές πιέσεις $P/P_0 = 0.6$, για τριχοειδή συμπύκνωση ανοιχτών.



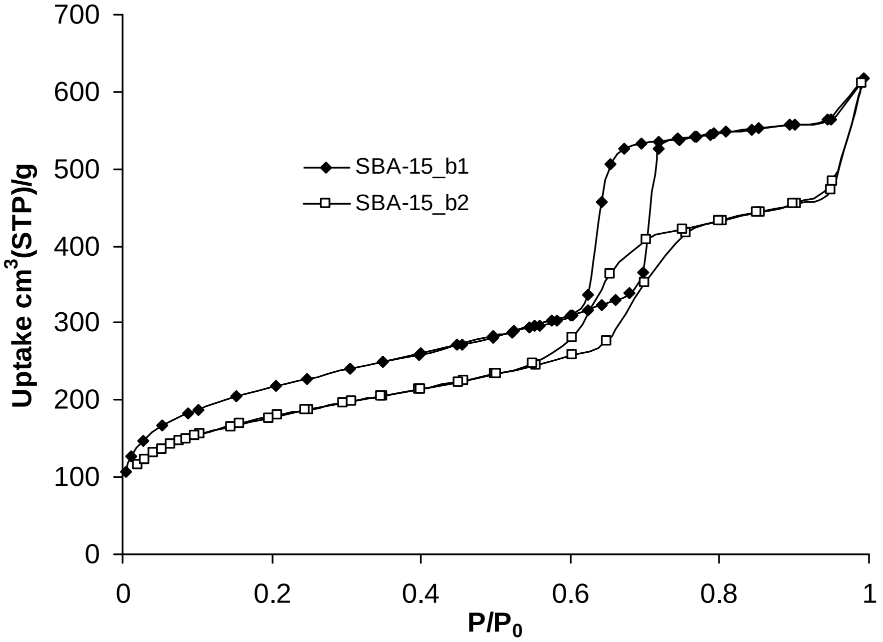
Σχήμα 1. Ισόθερμη ρόφησης N_2 στους 77K για το δείγμα SBA-15_b1.

Ο χαρακτηριστικός ώμος (shaped knee) που εμφανίζεται σε $P/P_0 = 1.178 \cdot 10^{-2}$ υποδηλώνει την δημιουργία του monolayer της ρόφησης. Η ειδική επιφάνεια του υλικού αποτιμήθηκε στα 765 m^2/g με βλαση την μέθοδο BET (S_{BET} = 765 m^2/g σε περιοχές $5.21E^{-02} \leq P/P_0 \leq 2.47E^{-01}$). Η κατανομή του μεγέθους πόρων έγινε με την εφαρμογή του μοντέλου BJH κάνοντας χρήση του τμήματος της εκρόφησης ισόθερμης και η μέση διάμετρος των πόρων εκτιμήθηκε στα 7.31 nm. Ο συνολικός όγκος πόρων (TPV) είναι 0.8735 cc/g (για $P/P_0 = 0.949$).

ΔΕΙΓΜΑ SBA-15_b2

Στο σχήμα 2 παρουσιάζονται, για λόγους άμεσης σύγκρισης, οι ισόθερμες ρόφησης N_2 τόσο για το δείγμα SBA-15_b1 όσο για το SBA-15_b2. Όπως φαίνεται η ισόθερμη ρόφησης N_2 είναι επίσης τύπου IV και για το 2^o μελετούμενο δείγμα, με χαρακτηριστικό βρόγχο υστέρησης τύπου H1, πιο ευρύ όμως (placid hysteresis loop) από αυτό του δείγματος SBA-15_b1 ενώ ξεκινά (και ξανακλείνει) σε μικρότερη σχετική πίεση $P/P_0 = 0.5$.

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
πρόγραμμα για την ανάπτυξη
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης



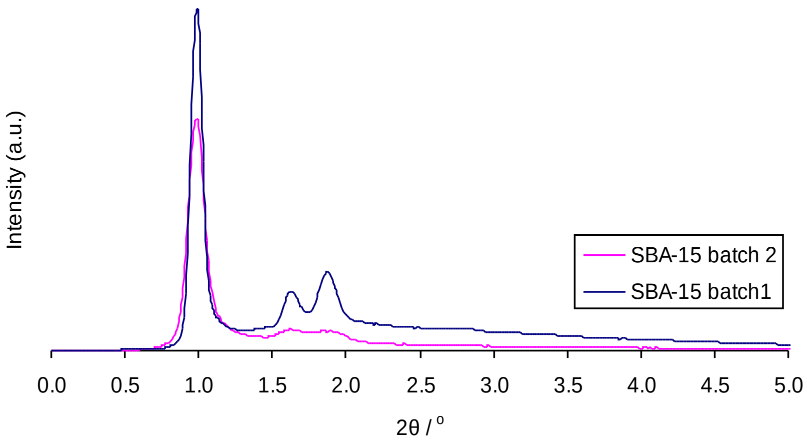
Σχήμα 2. Ισόθερμη ρόφησης N_2 στους 77K για τα δείγματα SBA-15_b1 και SBA-15_b2.

Η διαφορά στις δύο αυτές ισόθερμες προέρχεται από το γεγονός ότι το 2ο δείγμα διαθέτει μεσοπόρους σε περιοχή τιμών μικρότερη από αυτή του 1ου ενώ το εύρος της κατανομής είναι μεγαλύτερο. Τέλος η συμπεριφορά των τελευταίων σημείων της ισόθερμης καταδεικνύει την συμπύκνωση σε ακόμη μεγαλύτερους πόρους (πιθανών σε macropores) ή ακόμη και σε διάκενα της δομής του υλικού που ορίζεται από την εξωτερική επιφάνεια (external surface area). Η ειδική επιφάνεια του υλικού υπολογίστηκε στα 648 m^2/g περίπου 15% μικρότερη από αυτή του 1ου δείγματος. Όπως αποτυπώνεται από την ισόθερμη, ο συνολικός όγκος πόρων (TPV) είναι επίσης μικρότερος και ίσος με 0.703 cc/g σε $P/P_0 = 0.948$. Η κατανομή μεγέθους πόρων δεν είναι τόσο καλά ορισμένη όσο στην περίπτωση του SBA-15_b1 ενώ το μέσο μέγεθος των πόρων υπολογίζεται στα 7.50 nm.

ΦΑΣΜΑΤΑ XRD

Στην εικόνα 3 παρουσιάζονται τα φάσματα περίθλασης ακτίων–Χ (XRD) σε μικρές γωνίες για τα δύο μελετούμενα υλικά SBA-15 και τα οποία διαφοροποιούνται ως προς τις συνθήκες υδροθερμικής τους επεξεργασίας.

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης



Σχήμα 3. Φάσματα XRD των δύο υλικών SBA-15.

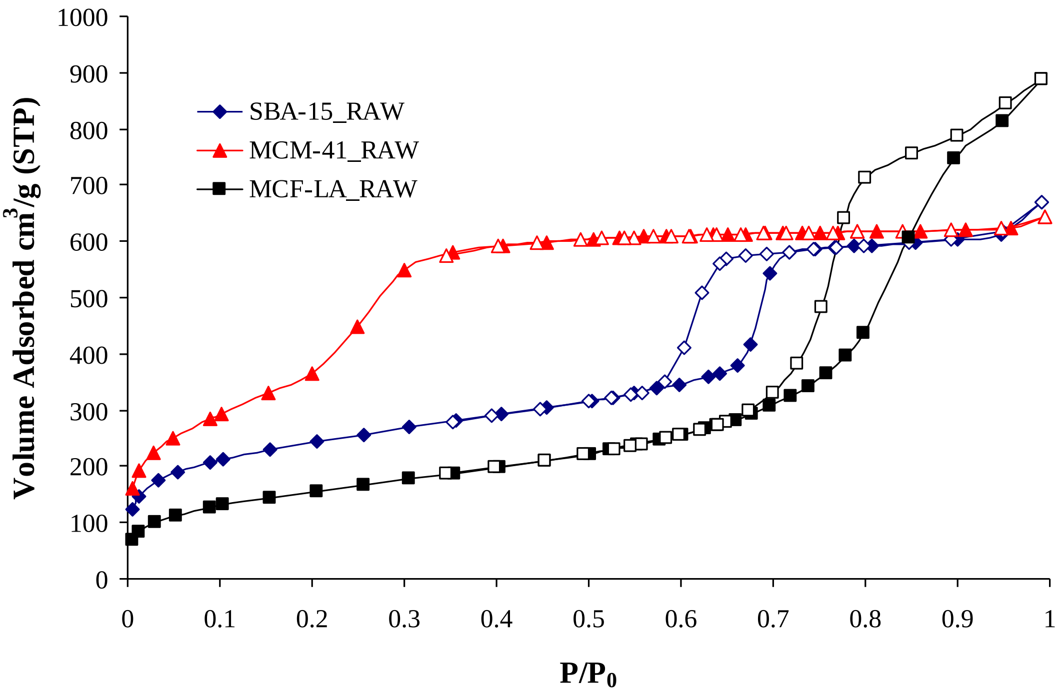
Όπως φαίνεται στο σχήμα 2 τρεις είναι οι χαρακτηριστικές κορυφές περίθλασης των ακτίνων-X για το δείγμα SBA-15_b1 και συγκεκριμένα σε $2\theta=0.996, 1.668, 1.896^{o}$, οι οποίες αντιστοιχούν στα χαρακτηριστικά Brag peaks (100), (110) και (200) για την ακριβώς ορισμένη 2D συμμετρία της εξαγωνικής πορώδους δομής (space group P6mm). Το αντίστοιχο φάσμα για το υλικό SBA-15_b2 παρουσιάζει μόνο μια χαρακτηριστική κορυφή στις $2\theta=0.972^{o}$ χωρίς να ακολουθούν οι επόμενες δύο. Αυτό οφείλεται στο ότι η δομή του 2^{ου} SBA-15 είναι λιγότερο ορισμένη σε σχέση με το 1^{ο} δείγμα.

Καταλήγοντας λοιπόν, το υλικό SBA-15_b1 είναι το υλικό με τα βέλτιστα χαρακτηριστικά και είναι αυτό το οποίο επιλέγεται για τον περαιτέρω χαρακτηρισμό του και την αποτίμηση των ιδιοτήτων του σε διεργασίες ρόφησης επιλεγμένων ροφητών.

Τρία νέα υλικά μελετούνται από την ερευνητική ομάδα. Αυτά τα υλικά παρασκευάσθηκαν σε συνεργασία με την ομάδα των Prof. E.F. Vansant και Prof. P. Cool από το Πανεπιστήμιο της Αμβέρσας (Antwerp University) και αφορούν μεσοπορώδεις οργανωμένες δομές με βάση την σίλικα. Συγκεκριμένα SBA-15, MCM-41 και MCF-LA είναι τα τρία μελετούμενα υλικά. Τα υλικά αυτά έχουν ήδη μελετηθεί με ποροσιμετρία N_2 στους 77 K ενώ μια διαδικασία αλλαγής της επιφάνειάς τους με την δημιουργία νανοσωματιδίων χαλκού (cupper nanoparticles) έχει ήδη ολοκληρωθεί με επιτυχία. Όπως φαίνεται από την Εικόνα 1 τα υλικά διαφέρουν ως προς τα χαρακτηριστικά δομής τους αφού τόσο η συνολικά ροφούμενη ποσότητα όσο και το είδος των ισοθέρμων διαφέρουν ιδιαίτερα. Συγκεκριμένα το MCM-41 δεν διαθέτει βρόγχο

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

υστέρησης και καταγράφει πλατό από την περιοχή σχετικής πίεσης $P/P_0 = 0.3$ έως και την ολοκλήρωση της ρόφησης. Η περιοχή της αλλαγής κλίσης της ισόθερμης καταγράφεται μεταξύ 0.2 και 0.35 ($0.2 < P/P_0 < 0.35$), γεγονός που υποδεικνύει μικρότερο μέγεθος πόρων. Από την άλλη πλευρά τόσο το SBA-15 όσο και το MCF-LA επιδεικνύουν βρόγχους υστέρησης σε περιοχές σχετικής πίεσης $0.55 < P/P_0 < 0.90$.



Εικόνα 1. Ισόθερμης ρόφησης N_2 στους 77 K για μη τροποποιημένα δείγματα SBA-15, MCM-41 και MCF-LA.

Η διαδικασία ανάπτυξης νανοσωματιδίων χαλκού αποτελεί μια ιδιαίτερα ενδιαφέρουσα τεχνική για την παρασκευή υλικών με καταλυτική δράση, ενώ από την άλλη πλευρά δίνει την δυνατότητα να μελετηθούν βασικά φαινόμενα προσρόφησης και συμπύκνωσης σε υλικά τα οποία διαθέτουν περιοχές στην πορώδη τους δομή με ακριβή ορισμένο μέγεθος επιφανειακής ανομοιογένειας, όπως αυτή ορίζεται από την καλά κατανεμημένη διασπορά των μεταλικών νανοσωματιδίων.

.

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης
ΕΣΠΑ 2007-2013
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ

Π.Ε.3. Τα *In Situ* πειράματα βρίσκονται σε εξέλιξη. Αυτά αποτελούν ένα μεγάλο τμήμα του ερευνητικού έργου “Nanocapillary” και η συνεχής τριβή της ερευνητικής ομάδας θα διαρκέσει έως και την λήξη του έργου. Συγκεκριμένα το Π.Ε.3 περιγράφει την πραγματοποίηση τριών ξεχωριστών πειραμάτων in situ σκέδασης ακτίνων–Χ.

<u>ΠΕΙΡΑΜΑ 1</u>

Το πείραμα 1 αναφέρεται στην “σάρωση” του βρόγχου υστέρησης της ισόθερμης ρόφησης CH_2B_{r2} σε δείγμα υάλου Vycor® 7930. Το CH_2Br_2 έχει την ίδια ηλεκτρονιακή πυκνότητα με την ύαλο και ως αποτέλεσμα δημιουργεί εξίσωση των αντιθέσεων (contrast matching). Ο βρόχος υστέρησης της ισόθερμου προσρόφησης σαρώθηκε (scanning) με σκοπό τον εντοπισμό των μετασταθών καταστάσεων. Για την πραγματοποίηση του πειράματος τοποθετήθηκε το δείγμα υάλου, αφού αρχικά προετοιμάστηκε με την επεξεργασία του με υπεροξείδιο του υδρογόνου και ακολούθως με θερμική επεξεργασία, στο θερμοστατούμενο κελί για *in situ* στατικά πειράματα.

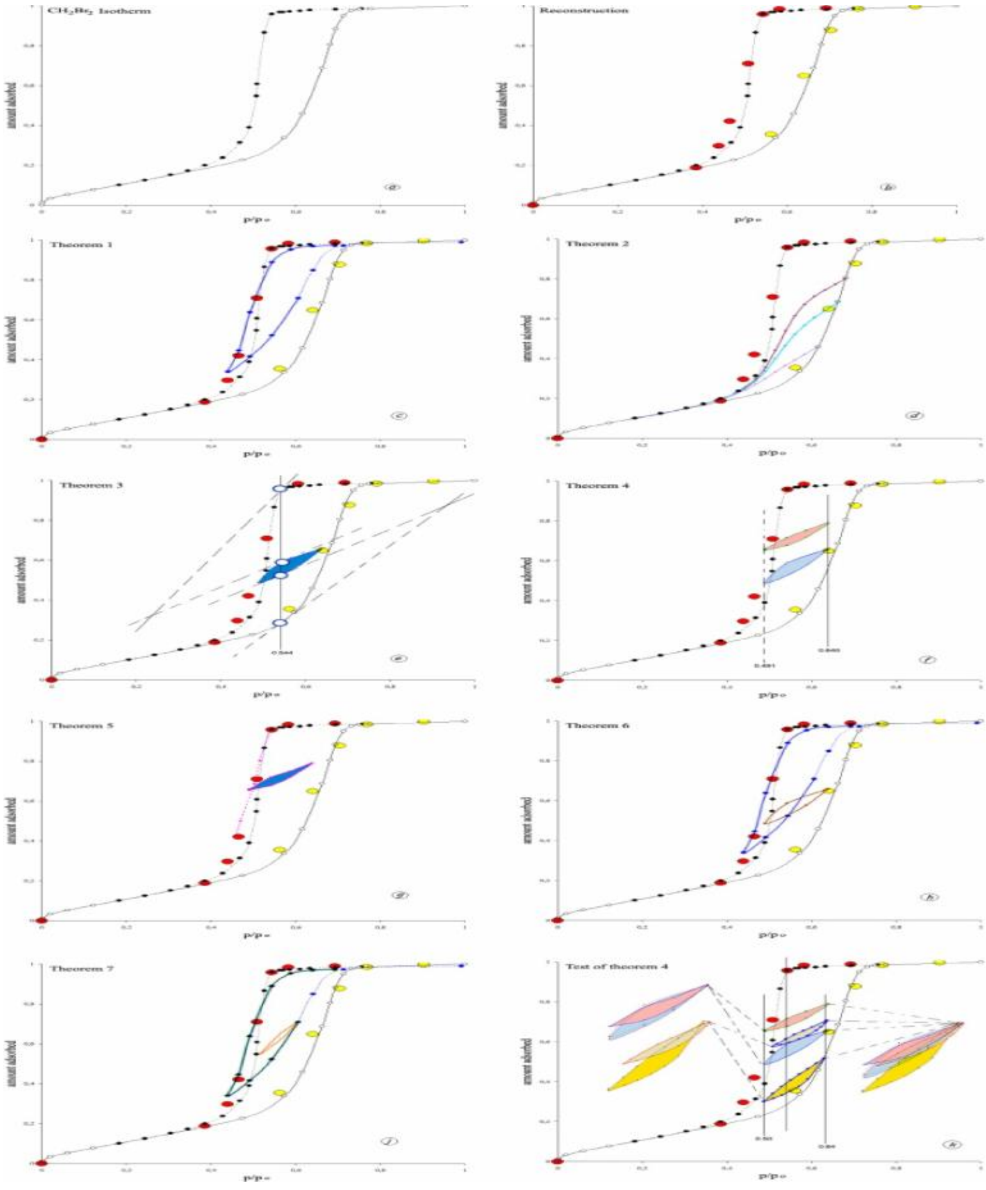
Οι ακόλουθες ισόθερμες ρόφησης είναι ισόθερμες οι οποίες έχουν προκύψει με δύο διαφορετικές μεθοδολογίες. Η μέν $1^η$ (Σχήμα $1_{(a)}$) προέρχεται από την ανακατασκευή της ισόθερμης στηριγμένη στα *in situ* πειράματα SAXS ενώ η $2^η$ είναι αυτή κάθε αυτή η ισόθερμη ρόφησης, προϊόν της μέτρησης της προσρόφησης CH2Br2 σε Vycor® 7930 με την βαρυμετρική μέθοδο (IGA). Ο τύπος της ισόθερμης είναι IV ενώ ο βρόγχος υστέρησης είναι τύπου H2. Όπως διαφαίνεται η τριχοειδής συμπύκνωση λαμβάνει χώρα από την περιοχή των μικρών τιμών μεγέθους πόρων αρχικά ενώ ακολούθως επεκτείνεται και στα επόμενα μεγαλύτερα χαρακτηριστικά μεγέθη του ύαλου.

Στηριγμένοι στα δεδομένα της ανακατασκευής της ισόθερμης ρόφησης αλλά και των επιμέρους βρόγχων, τόσο κατά την ρόφηση όσο και κατά τηνξ εκρόφηση, εντός του κυρίου βρόγχου υστέρησης ακολουθήσαμε με την εξέταση και την επιβεβαίωση της ισχύος βασικών θεωρημάτων έτσι όπως περιγράφονται από τον Prof. Everett[1,2,3] και τους συνεργάτες του.

[1] D.H. Everett, D.W.I. Whitton, Trans. Faraday Soc., 48 (1952) 749.
[2] D.H. Everett, F.W. Smith, Trans. Faraday Soc. 50 (1954) 187.

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης
ΕΣΠΑ 2007-2013
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ

Για τον υπολογισμό του πάχους του προσροφούμενου 1ου στρώματος (*t-film*) χρησιμοποιήθηκε η εξίσωση του Hasley $\ln\left(P/P_0 \right) = K/t^m$ ln(p/po)=K/t^m, όπου K και m είναι παράγοντες καμπυλότητας με K=61.8 και m=2.219[4].



Εικόνα 2. Ισόθερμη CH_2Br_2 σε δισκίο Vycor® 7930 (a). Τα μεγάλη σημεία καταδεικνύουν την ανακατασκευή της ισόθερμης από δεδομένα SAXS (b). Επαλήθευση του 1ου και 2ου θεωρήματος

[3] D.H. Everett, Trans. Faraday Soc. 50 (1954) 1077.
[4] A.Ch. Mitropoulos, J. Coll. Interface Sci. 336 (2009) 679.

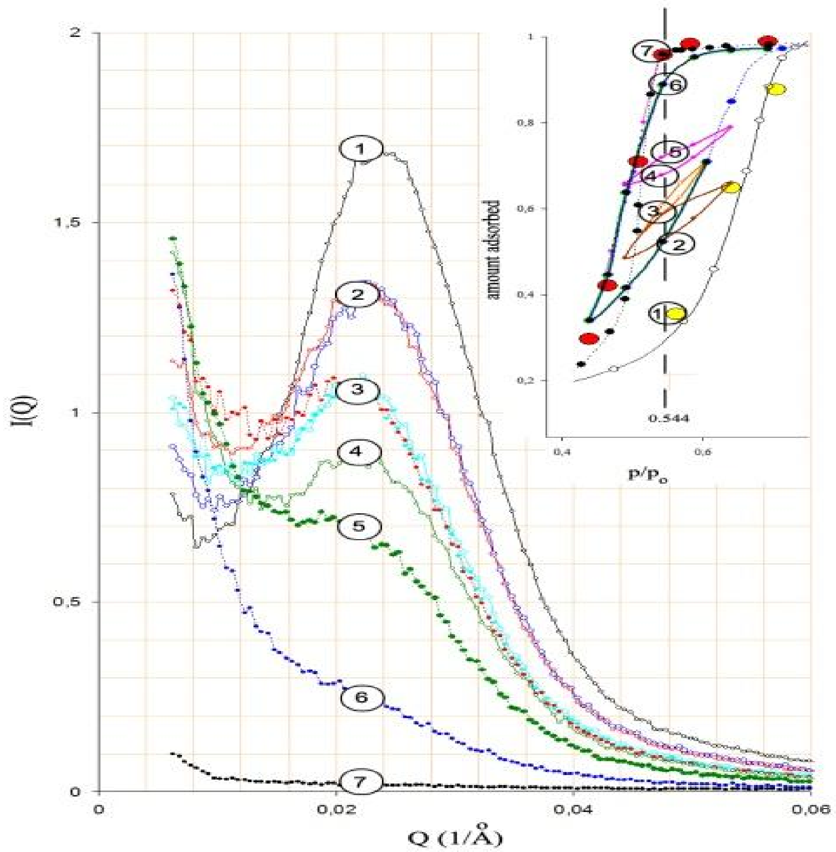
Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

του Everett (c), (d). Η εικόνα (e) επιβεβαιώνει την ισχύς του 3^{ου} θεωρήματος. Τα συμπεράσματα από τις εικόνες (f) και (k) δεν είναι σε καλή συμφωνία με το 4^{ο} θεώρημα. Το 5^{ο,} το 6^{ο} και το 7^{ο} θεώρημα επιβεβαιώθηκαν (g), (h), (j).

Τα ακόλουθα φάσματα σκέδασης ακτίνων–X σε μικρές γωνίες (Εικόνα 1) χρησιμοποιήθηκαν για την ανακατασκευή της ισοθέρμου ρόφησης CH_2Br_2 σε δισκίο υάλου Vycor® 7930. Όπως αποτυπώνεται στην εικόνα ο βρόγχος υστέρησης είναι τύπου H2. Όπως διαφαίνεται η τριχοειδής συμπύκνωση λαμβάνει χώρα από την περιοχή των μικρών τιμών μεγέθους πόρων αρχικά ενώ ακολούθως επεκτείνεται και στα επόμενα μεγαλύτερα χαρακτηριστικά μεγέθη του ύαλου.

Για τον υπολογισμό του πάχους του προσροφούμενου 1^{ου} στρώματος (*t-film*) χρησιμοποιήθηκε η εξίσωση του Hasley $\ln\left(P/P_0\right) = K/t^m$ ln(p/po)=K/t^m, όπου K και m είναι παράγοντες καμπυλότητας με K=61.8 και m=2.219[5].

[5] A.Ch. Mitropoulos, J. Coll. Interface Sci. 336 (2009) 679.



Εικόνα 1. Φάσματα σκέδασης SAXS σε διαφορετικές σχετικές πιέσεις ισοροπίας εντός του βρόγχου υστέρησης της ισοθέρμου ρόφησης CH_2Br_2 σε δισκίο Vycor® 7930. Η αρίθμηση των φασμάτων ακολουθεί την "διαδρομή" της ισοροπίας κατά την ρόφηση. Οι θέσεις 2 και 3 εμπεριέχουν δύο διαφορετικές διαδρομές του συστήματος στην αυτή κατάσταση ισορροπίας. Η ταύτιση των καμπυλών ρόφησης με τα αντίστοιχα σημεία (από τα δεδομένα SAXS) επιδεικνύει την άριστη ανακατασκευή των δεδομένων με διαφοερτικές τεχνικές.

Η θέση 2 αντιπροσωπεύει την κατάσταση ισοροπίας σε $P/P_0 = 0.544$, μια κατάσταση η οποία αποτυπώνεται στο σύστημα έχοντας ακολουθήσει δύο διαφορετικές διαδρομές κατά την διαδικασία της ρόφησης. Αντίστοιχα το σημείο 3 επίσης αντιπροσωπεύει δύο κατάσταση ισορροπίας σε ταυτόσημη σχετική πίεση ισορροπίας, καταστάσεις οι οποίες προήλθαν η 1^{η} κατά την διαδρομή της ρόφησης ενώ η 2^{η} κατά αυτή της εκρόφησης. Οι καταστάσεις ισορροπίας αναφέρονται σε ακριβή αντιστοχία της ροφημένης ποσότητας CH_2Br_2

ανεξάρτητα της διαδρομής που ακολουθήθηκε, η διαδρομή αυτή όμως διαθέτει στοιχεία "μνήμης" τα οποία και παίζουν καθοριστικό ρόλο της εξέλιξης της ισορροπίας στο επόμενο βήμα. Η ένταση σκέδασης καταγράφεται να μειώνεται αντίστοιχα με την κάθε ισορροπία κατά την ρόφηση, γεγονός που επιδεικνύει, ιδιαίτερα στις υψηλές τιμές P/P_0, την απουσία επιφανειακών συμπυκνωμάτων.

2. <u>ΠΕΙΡΑΜΑ 2</u>

Το πείραμα 2 αφορά την in situ μελέτη ρόφησης CH_2Br_2 σε Vycor® 7930 και σκέδασης ακτίνων–Χ υπό περιστροφή. Για την πραγματοποίηση του εν λόγω πειράματος κατασκευάστηκε ειδική μεταλλική κυψελίδα η οποία δύναται να λειτουργεί σε συνθήκες περιστροφής έως και ~5000 rpm. Η δυσκολία πραγματοποίησης τέτοιων πολύπλοκων πειραμάτων είναι ιδιαίτερα μεγάλη και η έως τώρα προσπάθεια λήψης τέτοιων φασμάτων μόλις λίγες ημέρες πριν στέφθηκε με επιτυχία.

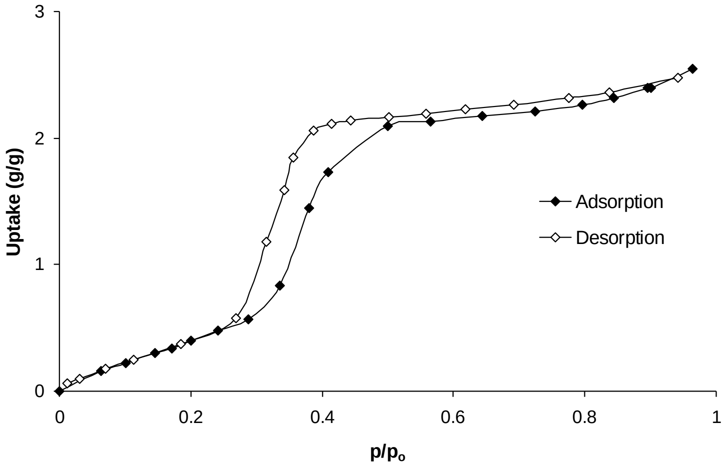
Τα πρώτα φάσματα που ελήφθησαν βρίσκονται στην φάση της ανάλυσής τους και θα εκτεθούν στην επόμενη προβλεπόμενη έκθεση αναφοράς.

<u>ΠΕΙΡΑΜΑ 3</u>

Το πείραμα 3 αφορά την *in situ* μελέτη (όχι κατ' ανάγκην υπό περιστροφή) ρόφησης και μικρογωνιακής σκέδασης ακτίνων–Χ σε άλλα υλικά όπως SBA-15, MCM-41, άνθρακες, MCF κ.α. Κατά την διάρκεια του έργου τόσο SBA-15 όσο και μικροπορώδεις άνθρακες αλλά και μεσοπορώδεις MCM-41 μελετούνται τόσο με *in situ* πειράματα ρόφησης και SAXS όσο και με τον συνδυασμό και άλλων τεχνικών.

Συγκεκριμένα η ισόθερμη ρόφησης CH_2Br_2 σε MCM-41 στους 25 ^oC παρουσιάζεται στην Εικόνα 3.

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
πρόγραμμα για την ανάπτυξη
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης



Εικόνα 3. Ισόθερμη ρόφησης CH_2Br_2 σε MCM-41 στους 25 ^oC.

Η ισόθερμη είναι τύπου IV σύμφωνα με την κατηγοροποίηση κατά IUPAC. Σε χαμηλές σχετικές πιέσεις CH_2Br_2 παρατηρείται ένα βήμα αύξησης της ροφημένης ποσότητας με λόγω της δημιουργίας ενός στρώματος CH_2Br_2 στα τοιχώματα των πόρων. Καθώς η ρόφηση εξελίσεται μια έντονη αλλαγή της κλίσης της ισόθερμης παρατηρείται η οποία και προέρχεται από το φαινόμενο της τριχοειδούς συμπύκνωσης.

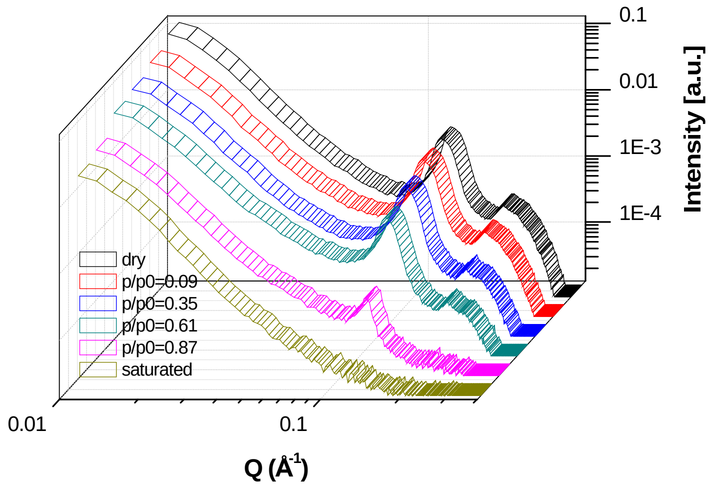
Στον ακόλουθο πίνακα (Πίνακας 1) παραθέτονται δεδομένα σχετικά με τα δομικά χαρακτηριστικά του υλικού τα οποία και προέρχονται από πορoσιμετρία N_2 στους 77 K καθώς και από δεδομένα σκέδασης ακτίνων–X σε μικρές γωνίες.

Sample	***S_{BET}* (m²/g)**	***V_p* (cm³/g)**	***α_0* (Å)**	***D_{BJH}* (Å)**	***D_{NLDFT}* (Å)**	***D_{FMS}* (Å)**
MCM-41	1130	0.95	57.6	34.2	45.8	44.8

Abbreviations: S_{BET}: specific surface area, V_p: primary mesopore volume, α_0: lattice parameter estimated from the interplanar d_{10} spacing of the SAXS pattern, D_{BJH}: D_{NLDFT}: D_{FMS}: pore size evaluated by the BJH, NLDFT, and according to a recently proposed equation [4].

Πίνακας 1. Χαρακτηριστικά δομής για το MCM-41 από πορoσιμετρία N_2 στους 77K και από φάσματα SAXS.

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης



Εικόνα 4. *In situ* SAXS φάσματα για MCM-41 κατά την ρόφηση CH_2Br_2 στους 25 ^oC .

Αντίστοιχα τα φάσματα από τα *in situ* πειράματα ρόφησης CH_2Br_2 και σκέδασης ακτίνων–X στους 25 ^oC παρουσιάζονται στην Εικόνα 4, ενώ η ανάλυση των φασμάτων βρίσκεται σε εξέλιξη.

Π.Ε.4. Σε εξέλιξη συνεχίζει να βρίσκεται η επεξεργασία των αποτελεσμάτων του πειράματος ρόφησης CH_2Br_2 και σκέδασης ακτίνων–X σε μικρές γωνίες (adsorption in situ with SAXS) στο επιλεγμένο μεσοπορώδες δείγμα πυριτίας (MCM-41) με στόχο έως το τέλος του έτους να κατατεθεί προς κρίση στην διεθνή επιστημονική κοινότητα. Παράλληλα συνεχίστηκε η επεξεργασία των πειραματικών δεδομένων του πειράματος ρόφησης CH_2Br_2 και σκέδασης ακτίνων–X σε μικρές γωνίες, καθώς και της σάρωσης του βρόχου υστέρησης (loop scanning) της ισόθερμου προσρόφησης, με σκοπό τον εντοπισμό των μετασταθών καταστάσεων σκέδασης, σε δείγμα μεσοπρώδους ύαλου (Vycor 7930). Η επεξεργασία των συγκεκριμένων αποτελεσμάτων αποτελεί μια πολύ χρονοβόρα και επίμονη διαδικασία και πραγματοποιείται σε συνεργασία με τους Δρ. Κ. Στεφανόπουλο και τον επιστημονικό υπεύθυνο του έργου.

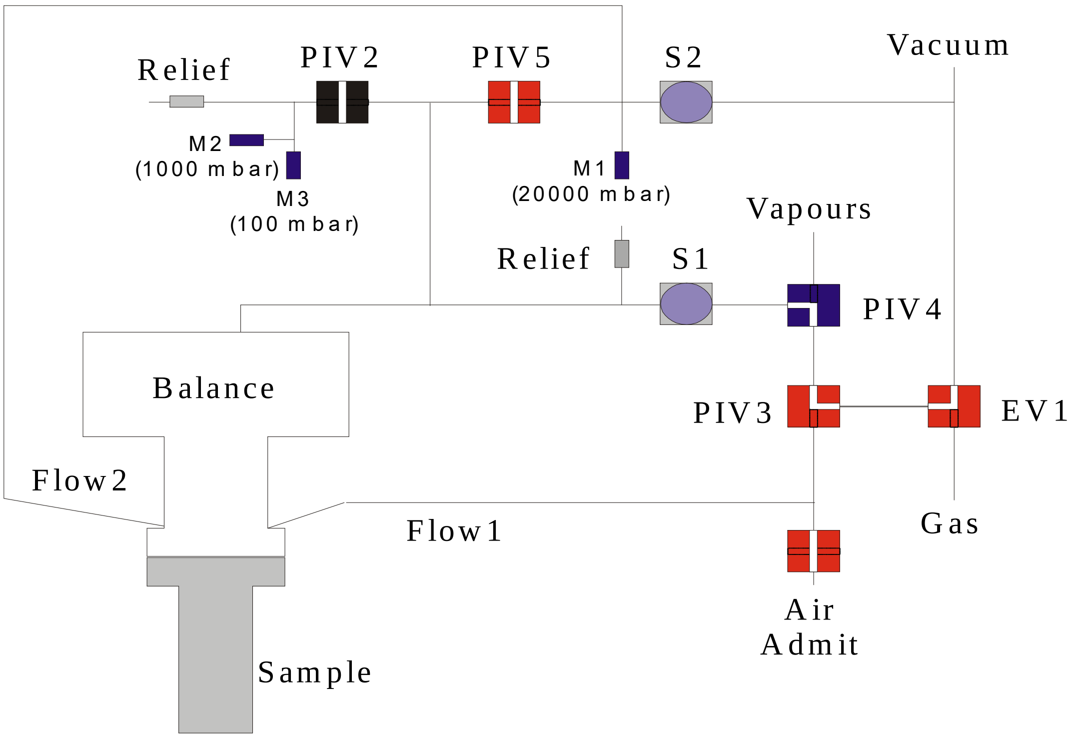
Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

Ανάλυση αποτελεσμάτων

Τα πρώτα αποτελέσματα από τα πετυχημένα συνδυαστικά πειράματα ρόφησης διβρωμομεθανίου (CH_2Br_2) με μικρογωνιακή σκέδαση ακτίνων-X (SAXS) σε δείγμα μεσοπορώδους αργιλίας SBA-15 παρουσιάστηκαν στην προηγούμενη έκθεση πεπραγμένων και δημοσιεύτηκαν στα πρακτικά του παγκόσμιου συνεδρίου "Eighth International Symposium Effects of Surface Heterogeneity in Adsorption and Catalysis on Solids", ISSHAC-8 (http://isshac.org).

Επίσης τα πειραματικά αποτελέσματα και το μοντέλο σκέδασης που αναπτύχθηκε για την ενδελεχή μελέτη του μηχανισμού ρόφησης στη περιοχή συμπύκνωσης και εξάτμισης του CH_2Br_2 (βρόχος υστέρησης) και τη διερεύνηση μεταστάθών καταστάσεων δημοσιεύτηκαν στο διεθνές περιοδικό Adsorption (βλ. Π.Ε.6).

Στη συνέχεια πραγματοποιήθηκε με τη σταθμική μέθοδο ισόθερμη ρόφησης CH_2Br_2 σε θερμοκρασία 20 ^oC για την πορώδη ύαλο Vycor 7930. Το πείραμα διεξήχθη χρησιμοποιώντας αυτόματη σταθμική συσκευή υψηλής πίεσης (*IGA-001 της εταιρείας HIDEN*) συνδεδεμένη σε Η/Υ, της οποίας η λειτουργία περιγράφεται συνοπτικά παρακάτω:

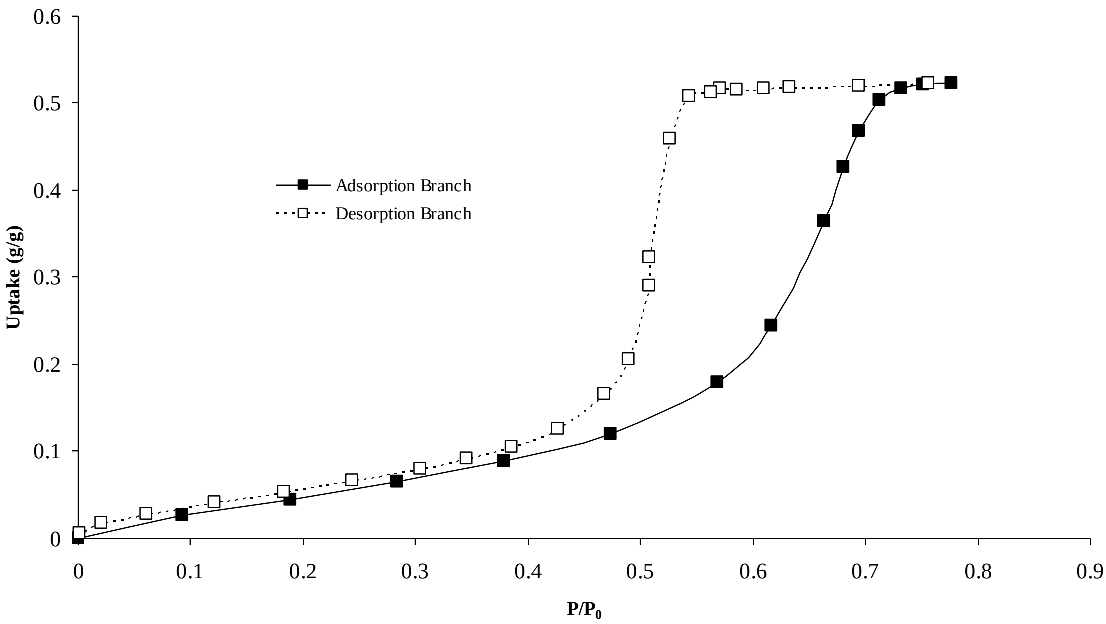


Σχήμα 1. Σταθμική συσκευή προσδιορισμού ισόθερμων ρόφησης (IGA).

H-He, N-N_2, Δ-Δείγμα, M-Manifold (*Κεντρικό τμήμα συσκευής*), Cal.-Calibration (*Χώρος ογκομετρήσεως*), A-Απαέρωση, $Σ_ρ$-Ρυθμιστική στρόφιγγα, V-Μετρητής κενού (*Pirani*), P-Μέτρηση πιέσεως, P_0-Μέτρηση τάσεως ατμών.

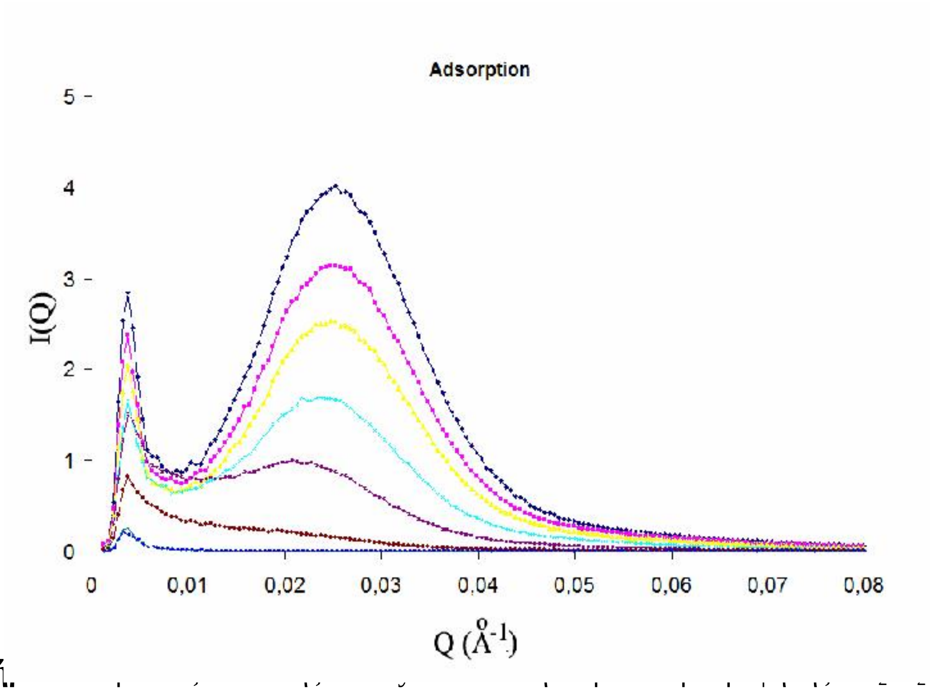
Όπως φαίνεται και από το σχήμα 1 η συσκευή περιλαμβάνει ένα μικροζυγό ακριβείας (ανάλυση ± 0.1 «*g*), τρία πιεσόμετρα 0.1, 1 και 20 bar αντίστοιχα καθώς και δύο βαλβίδες, μία εισαγωγής και μία εξαγωγής, προσαρμοσμένες σε βηματικούς κινητήρες. Όλα τα παραπάνω στοιχεία βρίσκονται σε ειδικό θάλαμο υπό σταθερή θερμοκρασία ώστε να ελαχιστοποιείται ο ηλεκτρονικός θόρυβος. Η όλη διάταξη περιλαμβάνει επίσης σύστημα κενού αποτελούμενο από διαφραγματική αντλία (*Vacumbrand MZ-2D*) σε συνδυασμό με μοριακή αντλία (*turbo molecular – PFEIFFER TMU 60*) καθώς και σύστημα θερμοστάτησης για την απαέρωση/θέρμανση των δειγμάτων. Το δείγμα απαερώθηκε εντός του ζυγού περίπου για 12-24 h στους 120 ^oC υπό υψηλό κενό (10^{-7}mbar).

Η ισόθερμος ρόφησης CH_2Br_2 σε Vycor στους 20 ^oC παρουσιάζεται στο σχήμα 2. Σύμφωνα με την ταξινόμηση κατά IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry*), η ισόθερμος είναι τύπου IV. Η τριχοειδής συμπύκνωση λαμβάνει χώρα σε σχετική πίεση p/p_0~0.5 ενώ η προσροφηθείσα ποσότητα παραμένει πρακτικά σταθερή για p/p_0>0.7. Επίσης ο βρόχος υστέρησης είναι τύπου H2 που αφορά πολύπλοκη δομή πόρων όπου σημαντικό ρόλο διαδραματίζει η δικτύωσή τους (γνωστό και ως αποτέλεσμα δικτύου, network effect).

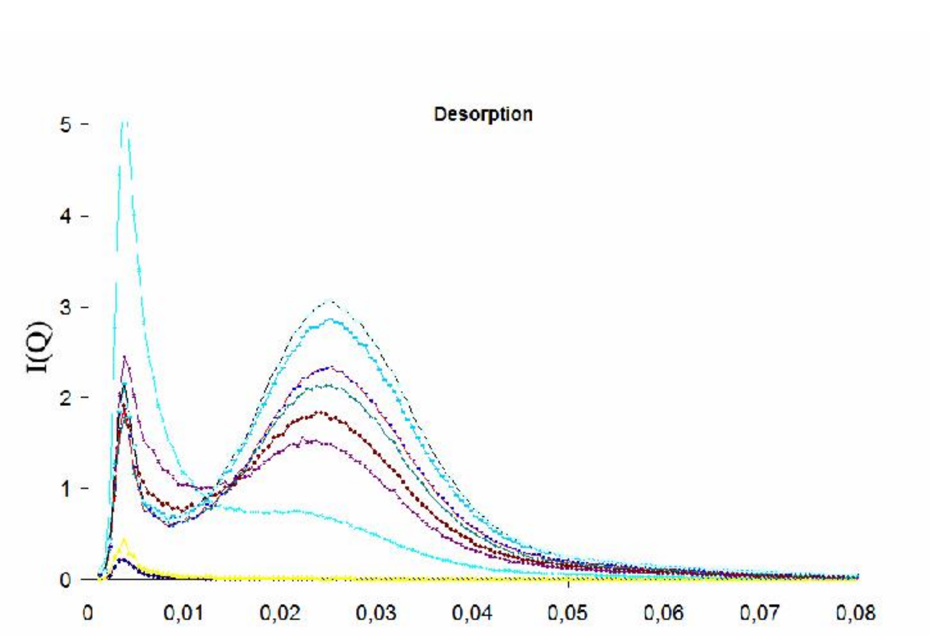


Σχήμα 2. Ισόθερμος ρόφησης CH_2Br_2 σε πορώδη ύαλο Vycor 7930 στους 20 °C.

Στη συνέχεια παρουσιάζονται οι καμπύλες σκέδασης ακτίνων-x, κατόπιν όλων των απαραίτητων διορθώσεων, από τις επιτόπου (in situ) μετρήσεις SAXS και προσρόφησης-εκρόφησης CH_2Br_2 στους 20 °C (σχήματα 3 & 4). Σε όλες τις καμπύλες σκέδασης, η πρώτη κορυφή στο σημείο Q=0.0038 Å^{-1} αντιστοιχεί στη μείωση της ακτινοβολίας της κύριας δέσμης των ακτίνων-x (beam stop), ώστε να αποφευχθεί πιθανή βλάβη του ανιχνευτή.



Σχή[illegible] σε
διάφορες σχετικές πιέσεις στους 20 °C.



Σχήμα 4. Καμπύλες σκέδασης του Vycor κατά τη διάρκεια εκρόφησης CH_2Br_2 σε διάφορες σχετικές πιέσεις στους 20 ^oC.

Οι καμπύλες σκέδασης δείχνουν την κορυφή συσχέτισης (correlation peak) του Vycor στο σημείο Q~0.025 Å^{-1}. Καθώς η προσρόφηση λαμβάνει χώρα το ύψος της κορυφής ελαττώνεται. Στη συνέχεια η τριχοειδής συμπύκνωση ξεκινά από τους μικρότερους πόρους, ενώ με την αύξηση της πίεσης, συμπυκνώνονται και η μεγαλύτεροι πόροι σύμφωνα με την εξίσωση Kelvin. Παρατηρείται επίσης μία τάση μετατόπισης της κορυφής Bragg προς τα δεξιά. Τέλος στα τελευταία δύο στάδια της προσρόφησης (σχήμα 3) παρατηρείται πολύ μεγάλη ελάττωση της σκεδαζόμενης έντασης ακτινοβολίας και η εξαφάνιση των κορυφών Bragg. Αυτό συμβαίνει γιατί το CH_2Br_2 έχει την ίδια ηλεκτρονιακή πυκνότητα με την αργιλία (Vycor) και ως αποτέλεσμα δημιουργεί εξίσωση των αντιθέσεων (contrast matching). Ακριβώς τα αντίθετα συμβαίνουν κατά τη διάρκεια της εκρόφησης (σχήμα 4).

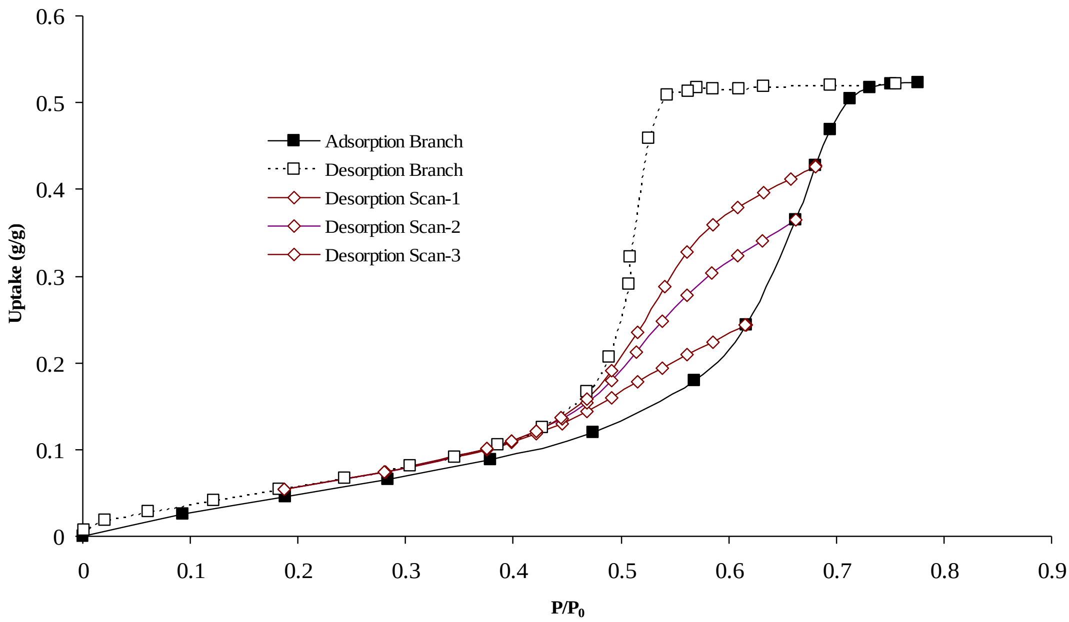
Στη συνέχεια θα γίνει ανακατασκευή της ισοθέρμου από τις καμπύλες σκέδασης, και θα συγκριθεί με την πειραματική ισόθερμη ρόφησης (σχήμα 2) ώστε να διερευνηθεί ενδελεχώς ο μηχανισμός ρόφησης.

Φυσικοχημικός χαρακτηρισμός των υλικών

Παρουσιάστηκε ισόθερμη ρόφησης CH_2Br_2 σε θερμοκρασία 20 ^oC για την πορώδη ύαλο Vycor 7930. Το πείραμα διεξήχθη με χρήση αυτόματης σταθμικής συσκευής υψηλής πίεσης (IGA-001 της εταιρείας HIDEN - βλ. προηγούμενη έκθεση για περιγραφή της συσκευής). Η ισόθερμος είναι τύπου IV (ταξινόμηση κατά IUPAC) ενώ ο βρόχος υστέρησης είναι τύπου

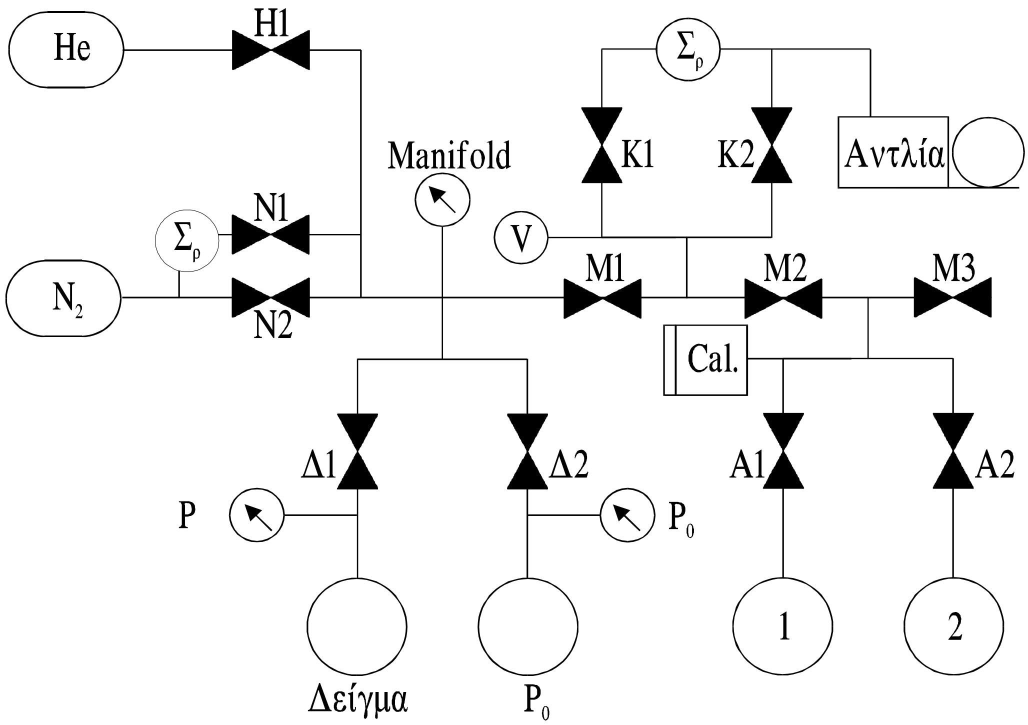
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

H2 που αφορά πολύπλοκη δομή πόρων όπου σημαντικό ρόλο διαδραματίζει η δικτύωσή τους (γνωστό και ως αποτέλεσμα δικτύου, network effect). Στη συνέχεια μετρήθηκαν τρεις καμπύλες σάρωσης κατά την εκρόφηση (desorption scanning curves). Παρατηρείται ότι οι καμπύλες αυτές (απεικονίζονται με κόκκινο χρώμα στο Σχ. 2) δεν ακολουθούν τον αρχικό βρόχο υστέρησης της ισόθερμου αλλά καταλήγουν στο κατώτερο σημείο που κλείνει ο βρόχος υστέρησης. Αυτό συμβαίνει διότι κατά το στάδιο εκκίνησης, το πορώδες σύστημα είναι μερικώς γεμάτο με υγρό με αποτέλεσμα η παρεμπόδιση από τους πόρους (pore blocking) και η διύλιση (percolation) να διαδραματίζουν μικρότερο ρόλο. Ως εκ' τούτου οι μεσοπόροι έχουν πρόσβαση στην αέρια φάση και μπορούν να αδειάζουν σχεδόν ανεξάρτητα ο ένας με τον άλλον. Συμπεραίνουμε λοιπόν ότι η τιμή της πίεσης της τριχοειδούς εξάτμισης δεν εξαρτάται από το εάν το σύστημα των πόρων ήταν πλήρως γεμάτο ή όχι με υγρό κατά την τριχοειδή συμπύκνωση. Αξίζει να σημειωθεί ότι υπήρξε μεγάλη δυσκολία για τη μέτρηση αυτών των καμπύλων σάρωσης (εύρεση της κατάλληλης πίεσης μέσα στο βρόχο υστέρησης, μεγάλοι χρόνοι ισορροπίας κα). Η διάρκεια του πειράματος ήταν περίπου 3 μήνες.



Σχήμα 1. Ισόθερμος ρόφησης και καμπύλες σάρωσης CH_2Br_2 σε Vycor 7930 στους 20 ^oC.

Στη συνέχεια πραγματοποιήθηκε ισόθερμος αζώτου στους 77 K για να γίνει αποτίμηση των φυσικοχημικών χαρακτηριστικών του Vycor. Οι μετρήσεις έλαβαν χώρα σε αυτόματο πορoσίμετρο αερίων του οίκου Quantachrome τύπου Autosorb-1, με αναβάθμιση Kr (Σχ. 2). Η συγκεκριμένη αναβάθμιση περιλαμβάνει περιστροφική αντλία λαδιού (Edwards E2M5) σε συνδυασμό με μοριακή αντλία (turbo molecular – Edwards EXC 300) καθώς και δύο επιπλέον απόλυτα πιεσόμετρα υψηλής ευαισθησίας (εύρος 0-10 Torr), που είναι τοποθετημένα στο χώρο του δείγματος και στο manifold.

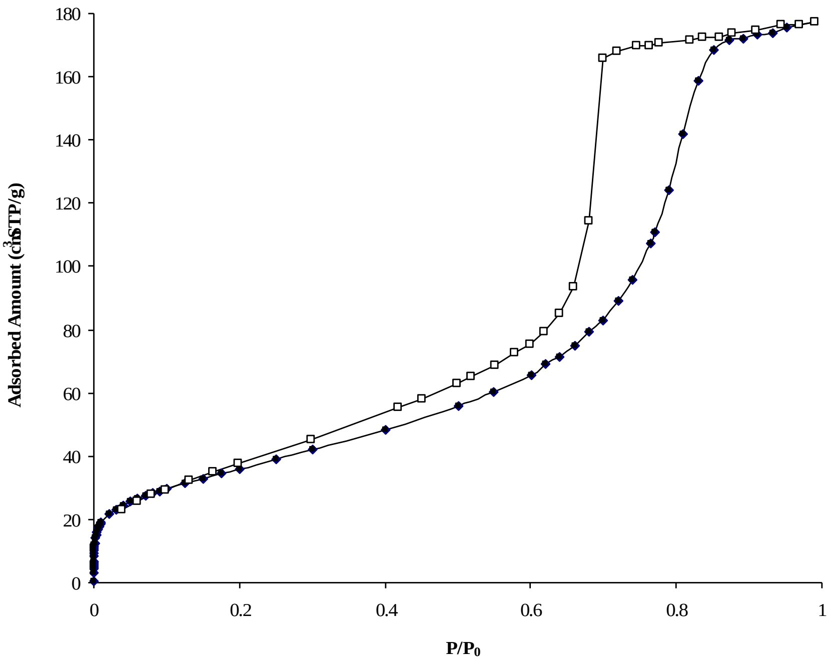


Σχήμα 2. Πορoσίμετρο αερίων Autosorb-1. H-He, N-N_2, Δ-Δείγμα, M-Manifold (Κεντρικό τμήμα συσκευής), Cal.-Calibration (Χώρος ογκομετρήσεως), A-Απαέρωση, Σρ-Ρυθμιστική στρόφιγγα, V-Μετρητής κενού (Pirani), P-Μέτρηση πιέσεως, P_0-Μέτρηση τάσεως ατμών.

Με τον παραπάνω πρόσθετο εξοπλισμό μπορούν να επιτευχθούν μετρήσεις σε πολύ χαμηλές σχετικές πιέσεις (10^{-5} Torr), που απαιτούνται συνήθως για τη μελέτη μικροπορωδών υλικών. Η πειραματική διαδικασία περιλαμβάνει αρχικώς την τοποθέτηση των δειγμάτων σε κατάλληλες γυάλινες κυψελίδες και στην συνέχεια την απαέρωσή τους στους αντίστοιχους σταθμούς, υπό υψηλό κενό (10^{-5} Torr) και θερμοκρασία 350 ^{o}C για 24-48 ώρες.

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης
ΕΣΠΑ 2007-2013
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ

Και σε αυτή τη περίπτωση η ισόθερμος είναι τύπου IV με βρόχο υστέρησης H2 (Σχ. 3). Στις χαμηλές πιέσεις παρατηρείται μία απότομη αύξηση της ροφημένης ποσότητας λόγω ύπαρξης μικροπόρων, δηλ. πόρων που έχουν μέγεθος μικρότερου των 2 nm. Από την ανάλυση των δεδομένων υπολογίστηκαν οι τιμές των ακόλουθων μεγέθη: Η επιφάνεια BET υπολογίστηκε S=593 m^2/g, ο όγκος πόρων Vp=0.25 cm^3/g και το μέγεθος των μεσοπόρων D_{BJH}=6.6 nm.

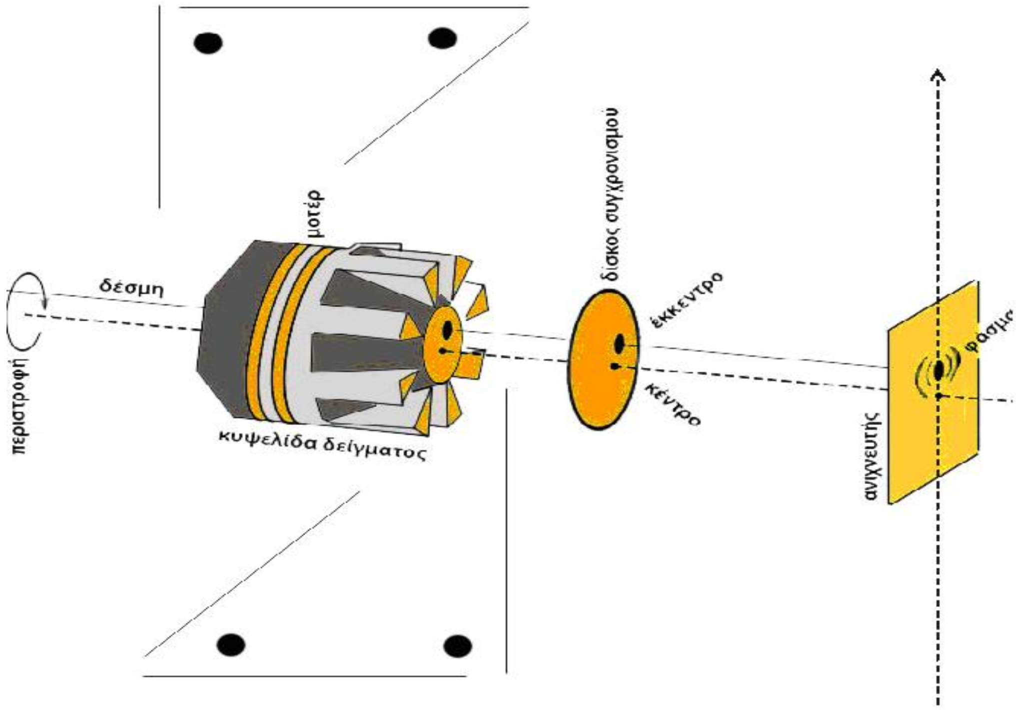


Σχήμα 3. Ισόθερμος ρόφησης N_2 σε Vycor 7930 στους 77 K

Δοκιμή Κελίου

Η πρώτη δοκιμή της περιστρεφόμενης κυψελίδας (Σχήμα 1) πραγματοποιήθηκε κατά τα χρονικά διαστήματα 15–19 Ιουλιου 2013 και 9–20 Σεπτεμβρίου 2013 από τους κ. Φρουδάκη (ΤΕΙ Κρήτης), τον Δρ. Ε. Φάββα (ΕΚΕΦΕ Δημόκριτος, μέλος ΟΕΣ) και τον κ. Ν. Βορδό (ΤΕΙ ΑΜΘ, μέλος ΟΕΣ).

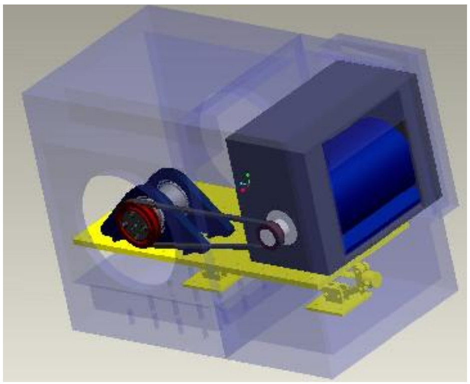
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

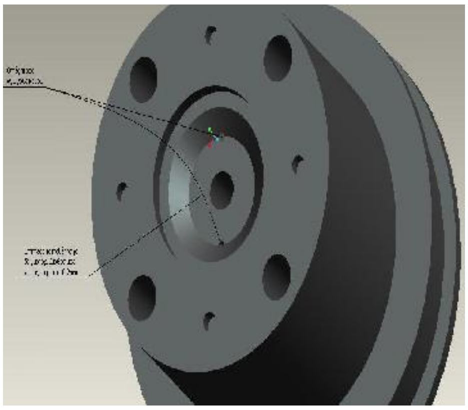


Σχήμα 1. Περιστρεφόμενο κελί για πειράματα SAXS.

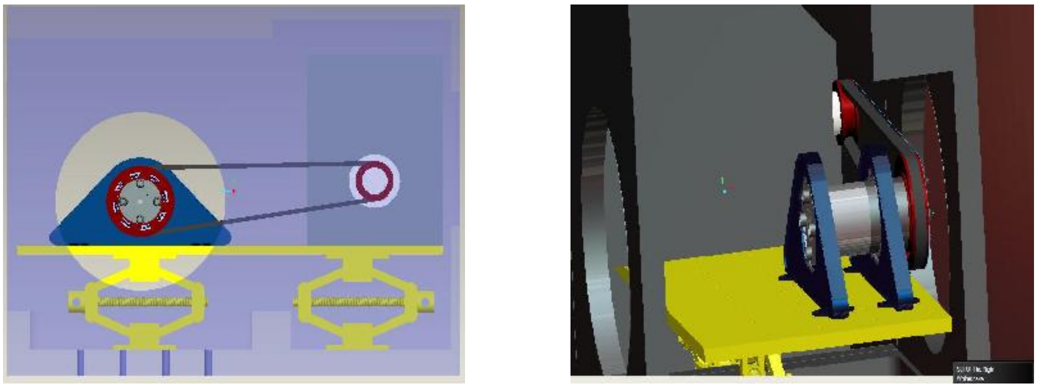
Η περιστρεφόμενη κυψελίδα μεταφέρθηκε από το ΤΕΙ Κρήτης στα βασικά της τμήματα και συναρμολογήθηκε στο χώρο του εργαστηρίου «ΗΦΑΙΣΤΟΣ», όπου βρίσκεται και το όργανο της μικρογωνιακής σκέδασης ακτίνων–Χ (SAXS).

Η διάταξη η οποία σχεδιάστηκε ώστε να προσαρμοστεί στην βασική μονάδα του οργάνου σκέδασης αποτελείται από τρία τμήματα, την μονάδα παραγωγής κίνησης (motor) την μονάδα μετάδοσης της κίνησης (belt) και την μονάδα σταθεροποίησης και περιστροφής της κυψελίδας (Σχήμα 2).





Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης



Σχήμα 2. Τμήματα της διάταξη του περιστρεφόμενου κελιού στο SAXS.

Η διαδικασία συναρμολόγησης των επιμέρους τμημάτων της διάταξης αν και ολοκληρώθηκε με επιτυχία εν τούτοις υπάρχουν μεγάλα περιθώρια βελτίωσης της διάταξης αφού το μεγάλο βάρος των πλευρικών τμημάτων του τμήματος προέκτασης του κεντρικού χώρου δείγματος του οργάνου SAXS δημιουργεί κάποια προβλήματα σταθερότητας στο σύστημα.

Επίσης η τα συγκεκριμένα ρουλεμάν που στηρίζουν και δίνουν την δυνατότητα περιστροφής του κελιού πιθανόν να χρειαστεί να αντικατασταθούν με κάποια νέα τα οποία και θα προσδίδουν μικρότερη αντίσταση κατά την περιστροφή του κελιού μέσω της κίνησης του από τον ιμάντα μετάδοσης.

Δεδομένης λοιπόν της ανάγκης να υπάρξουν κάποιες παρεμβάσης στον σχεδιασμό και την συνδεσμολογία της υπάρχουσας διάταξης αποφασίστηκε από τον υπεύθυνο συντονιστή του συγκεκριμένου πακέτου εργασίας, Αν. Καθ. Α. Βαΐρη, καθώς και από τον Επιστημονικό υπεύθυνο του έργου, Καθ. Α. Μητρόπουλο, να πραγματοποιηθούν στα εξιδεικευμένα εργαστήρια μηχανολογικού εξοπλισμού που διαθέτει το Τ.Ε.Ι. Α.Μ.Θ.

Η πραγματοποίηση πειραμάτων σκέδασης ακτίνων–Χ τόσο σε ξηρό όσο και σε κορεσμένο με ατμούς CH_2Br_2 δισκίο ύαλου Vycor® 7930 έλαβε χώρα σε συνθήκες έκκεντρης περιστροφής του κελιού και τα πρώτα προκατακτικά αποτελέσματα αρχικώς προσδίδουν αισιοδοξία στην ερευνητική ομάδα. Μένει να επαναληφθούν μετά τις βελτιώσεις της διάταξης και θα ακολουθήσει η ενδελεχής ανάλυσή τους και η συζήτηση αυτών με την επιστημονική κοινότητα.

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

Αριστοποίηση κελίου

Κατά το χρονικό διάστημα από 1.1.2012 έως και 31.6.2013 δημιουργήθηκε το πρωτότυπο περιστρεφόμενο κελί για τη διενέργεια των συνδυαστικών πειραμάτων με μικρογωνιακή σκέδαση ακτίνων – Χ, στα πλαίσια του έργου Nanocapillary – Θαλής του ΤΕΙ ΑΜΘ. Το περιστρεφόμενο κελί σχεδιάστηκε και κατασκευάστηκε με συνεργασία των ερευνητικών ομάδων του ΤΕΙ Κρήτης, του ΤΕΙ ΑΜΘ και του ΕΚΕΦΕ Δημόκριτος. Στα πλαίσια σχεδίασης και ανάπτυξης του κελιού, που αποτελεί παγκόσμια πρωτοτυπία, πραγματοποιήθηκαν μια σειρά επαφών και μετακινήσεων μεταξύ των μελών της ερευνητικής ομάδας.

Η παρουσία αναφορά αριστοποίησης έχει ως σκοπό να παρουσιάσει τις αδυναμίες κατασκευής του πρώτου περιστρεφόμενου κελιού και να δείξει πως αυτές προσπαθούν να επιλυθούν με την ανάπτυξη ενός νέου κελιού με σκοπό την επιτυχή έκβαση των πειραμάτων.

Το περιστρεφόμενο κελί, αφού σχεδιάστηκε και αναπτύχθηκε στο ΤΕΙ Κρήτης, μεταφέρθηκε στο ΤΕΙ ΑΜΘ, στο εργαστήριο Ήφαιστος όπου είναι εγκατεστημένο και το όργανο SAXS. Μετά την εγκατάσταση, πραγματοποιήθηκαν μια σειρά μετρήσεων, από όπου και προέκυψαν τα εξής συμπεράσματα όπως φαίνονται στην εικόνα 1.

1. Η εφαρμογή του ρουλεμάν μέσα στο έδρανο του ήταν αρκετά δύσκολή να γίνει χωρίς την εφαρμογή πρέσας, όποτε και μεταφέρθηκε στο μηχανουργείο του ΤΕΙ ΑΜΘ, όποτε και ενσωματώθηκε με επιτυχία.

2. Η ενσωμάτωση του ενός εκ των 2 μελών της κυψελίδας στο εσωτερικό της του εδράνου ήταν επίσης αρκετά δύσκολη και χρειάστηκε χρήση ειδικής πρέσας.

3. Κατά την τοποθέτηση του κυρίου άξονα που μεταδίδει την κίνηση από τον κινητήρα στο περιστρεφόμενο κελί, κάποια μέρη του είχαν εκ κατασκευής μικρότερη διάμετρο από την διάμετρο του άξονα οπότε και χρειάστηκε επίσης τροποποίηση από το μηχανουργείο του ΤΕΙ ΑΜΘ.

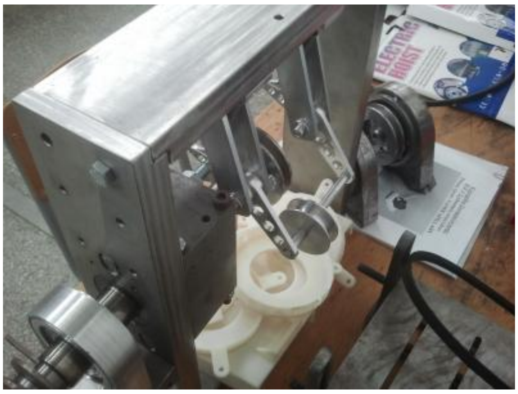
Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
πρόγραμμα για την ανάπτυξη
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

4. Κατά την εφαρμογή της προέκτασης του αρχικού θαλάμου κενού (εξάρτημα που εξασφαλίζει την ύπαρξη περιβάλλοντος υψηλού κενού) υπήρξαν προβλήματα αρχικού σχεδιασμού που δεν επέτρεπαν την εφαρμογή του στο θάλαμο.

5. Η συναρμολόγηση της βάσης στήριξης των τεντωτήρων υπήρξε προβληματική και χρειάστηκε εκ νέου άνοιγμα οπών σε διαφορετικά σημεία.

6. Η χρήση της κυψελίδας για την εισαγωγή δείγματος είναι αρκετά δύσκολη. Για το άνοιγμα της κυψελίδας και τη τοποθέτηση του δείγματος απαιτείται η χρήση μοχλών (π.χ. κατσαβίδια μεγάλου μήκους), έτσι ώστε να γίνεται εμφανείς ο χώρος τοποθέτησης του δείγματος. Το κλείσιμο επίσης της κυψελίδας γίνεται επίσης με δυσκολία, γεγονός που μπορεί να προκαλέσει σφάλμα στις μετρήσεις για διάφορους λόγους (προβληματικό κλείσιμο της κυψελίδας, μετατόπιση δείγματος κ.α.).

7. Τέλος στην περιστροφή του άξονα, εμφανίζονται μικρό δονήσεις που ενδεχομένως να επηρεάζουν το αποτέλεσμα της μέτρησης.



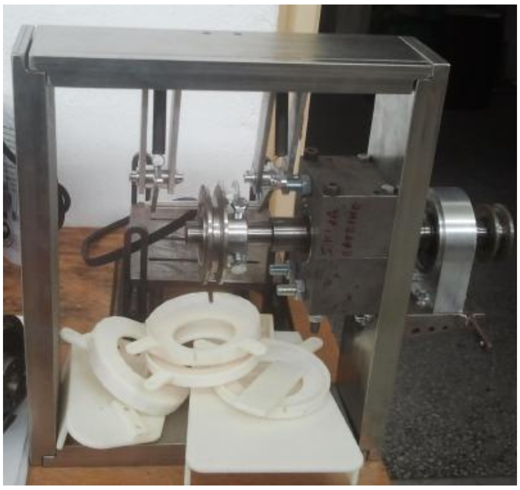
(α)

(β)

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
πρόγραμμα για την ανάπτυξη
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

(γ)

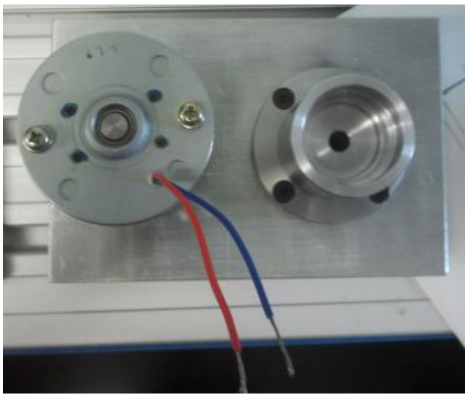
(δ)



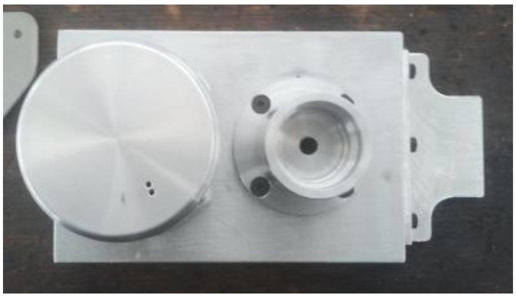
(ε)

Σχήμα 1. Περιστρεφόμενο κελί που δημιουργήθηκε στο ΤΕΙ Κρήτης. Α) ο τεντωτήρας του συστήματος, β) η βάση στήριξης, γ) ο ρυθμιστής στροφών του κινητήρα, δ) το περιστρεφόμενο κελί., ε) σύστημα στήριξης πίσω όψη.

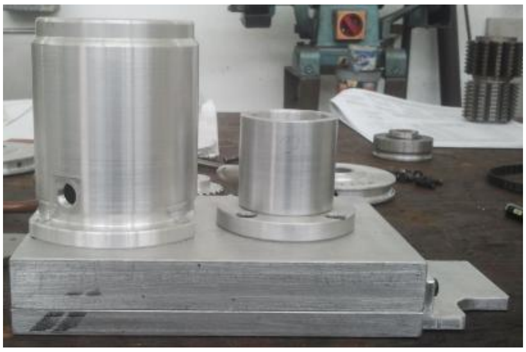
Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης
ΕΣΠΑ 2007-2013
πρόγραμμα για την ανάπτυξη
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ



(α)



(β)



(γ)

(δ)

(δ)

Σχήμα 2. Το βελτιωμένο περιστρεφόμενο κελί. α) πάνω όψη του κελίου, β) το κελί με σύστημα ψύξης, γ) πλάγια όψη, δ) γρανάζι μετάδοσης κίνησης και ε) εσωτερικό σύστημα ψύξης.

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
πρόγραμμα για την ανάπτυξη
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

Τα πλεονεκτήματα του νέου περιστρεφόμενου κελιού, όπως αυτό προέκυψε κατά την διαδικασία της αριστοποίησης είναι τα εξής:

1. Όλη η διαδικασία του πειράματος μεταφέρεται πλέον μέσα στο χώρο του θαλάμου σκέδασης. Αυτό έχει το πλεονέκτημα να μην υπάρχει πρόβλημα με την δημιουργία συνθηκών υψηλού κενού.

2. Έχει μικρύνει το μέγεθος του κελιού και έχει μειωθεί το βάρος του. Αυτό δίνει την δυνατότητα χρήσης των βηματικών κινητήρων για την διενέργεια πολλών πειραμάτων ταυτόχρονα.

3. Έχει προστεθεί κλειστό κύκλωμα νερού στο χώρο μετάδοσης της κίνησης έτσι ώστε να μην επηρεάζεται ο χώρος του πειράματος από την θερμοκρασία που θα ανεβάζει ο κινητήρας.

4. Έχει προστεθεί κλειστό κύκλωμα νερού στο κελί που διενεργείται η μέτρηση με σκοπό την διατήρηση της θερμοκρασίας στον χώρο του πειράματος για την διενέργεια πειραμάτων σε σταθερή θερμοκρασία.

5. Έχουν μειωθεί η αποστάσεις και τα κινούμενα μέρη μεταξύ κινητήρα και δειγματοφορέα έτσι ώστε να υπάρχουν όσον το δυνατότερων λιγότεροι κραδασμοί.

Το βελτιωμένο κελί που είναι υπό ανάπτυξη και σχεδόν έχει ολοκληρωθεί για να χρησιμοποιηθεί σε μετρήσεις, βελτιώνει όλες τις συνθήκες των πειραμάτων λόγω τις σταθερότητας και του μικρού μεγέθους που έχει.

Log book

Επιστήμονες και μηχανικοί καταγράφουν εργαστηριακά δεδομένα σε βιβλιοδετημένους τόμους ή κατάλληλα τετράδια τα οποία έχουν προηγούμενη σελιδοποίηση. Οι τόμοι αυτοί χρησιμοποιούνται σαν αρχεία κάποιας συγκεκριμένης εργασίας και μπορούν ακόμα να

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

χρησιμοποιηθούν σαν νόμιμα αποδεικτικά στοιχεία σε περιπτώσεις αντιδικίας περί προτεραιότητας κάποιας ανακάλυψης. Η χρήση ενός τέτοιου βιβλίου βοηθά στο να αναπτυχθούν καλές εργαστηριακές συνήθειες οι οποίες θα βοηθήσουν στην μετέπειτα πορεία του έργου.

Είναι αξιοσημείωτο ακόμα πως η ακριβής καταγραφή όλων των σκέψεων και υπολογισμών ή βημάτων που ακολουθήθηκαν μπορούν να χρησιμοποιηθούν για την εξαγωγή συμπερασμάτων αλλά και αναπαραγωγή των διάφορων υπολογισμών ή πειραμάτων. Στο Log Book κάθε πληροφορία είναι χρήσιμη για την κατανόηση του τι έχει συμβεί ή για την επανάληψη κάποιας μέτρησης. Το logbook του έργου Nanocapillary περιέχει ένα πλήρες ιστορικό όλων των πειραμάτων που πραγματοποιήθηκαν καθώς και των αποτελεσμάτων τους.

Τηρείται κάθε μήνα με τα παρατηρούμενα δεδομένα και είναι μιας μορφής ημερολογίου μετρήσεων. Οι μετρήσεις γράφομαι άμεσα ελαχιστοποιώντας τον κίνδυνο παράληψης πειραματικών δεδομένων.

Website

Στην ιστοσελίδα θα αναρτώνται όλες οι σχετικές με το έργο Nanocapillary πληροφορίες (περιεχόμενο πράξης, δικτύωση και συνεργασίες, διάχυση αποτελεσμάτων), καθώς και όλο το υλικό και τα παραδοτέα που θα προκύψουν από την υλοποίηση των Δράσεων. Λαμβάνοντας υπόψη τη δυναμική του περιεχομένου της ιστοσελίδας (κατάλογοι και αρχεία που ανανεώνονται συχνά), θα ληφθεί μέριμνα για την άμεση υλοποίηση των απαραίτητων ανανεώσεων της ιστοσελίδας.

Η ιστοσελίδα θα πρέπει να διαθέτει επίκαιρο σχεδιασμό (design) σύμφωνα με πρότυπα ιστοσελίδων επαγγελματικού χαρακτήρα. Ο σχεδιασμός θα πρέπει να απεικονίζει το ρόλο και τη χρησιμότητα του Προγράμματος. Θα ενσωματωθούν τα λογότυπα και τα πάσης φύσεως ενημερωτικά κείμενα (παρουσίαση του έργου, οργανόγραμμα κ.λπ.) που αφορούν το Πρόγραμμα και των λοιπών άμεσα συσχετιζόμενων με το πρόγραμμα.

Η ιστοσελίδα πληροί τις κάτωθι προδιαγραφές:

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
πρόγραμμα για την ανάπτυξη
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

- Δυνατότητα πλήρους υποστήριξης περιβάλλοντος πολυμέσων για παρουσίαση
- Περιεχομένου σε ποικίλες μορφές
- Παρουσίαση των ερευνητικών ομάδων.
- Σελίδα με τα συνεργαζόμενα links (φορέων, εταίρων, υπουργείων κ.λπ.).
- Ανάρτηση δημοσιεύσεων
- Χρονοδιάγραμμα του έργου

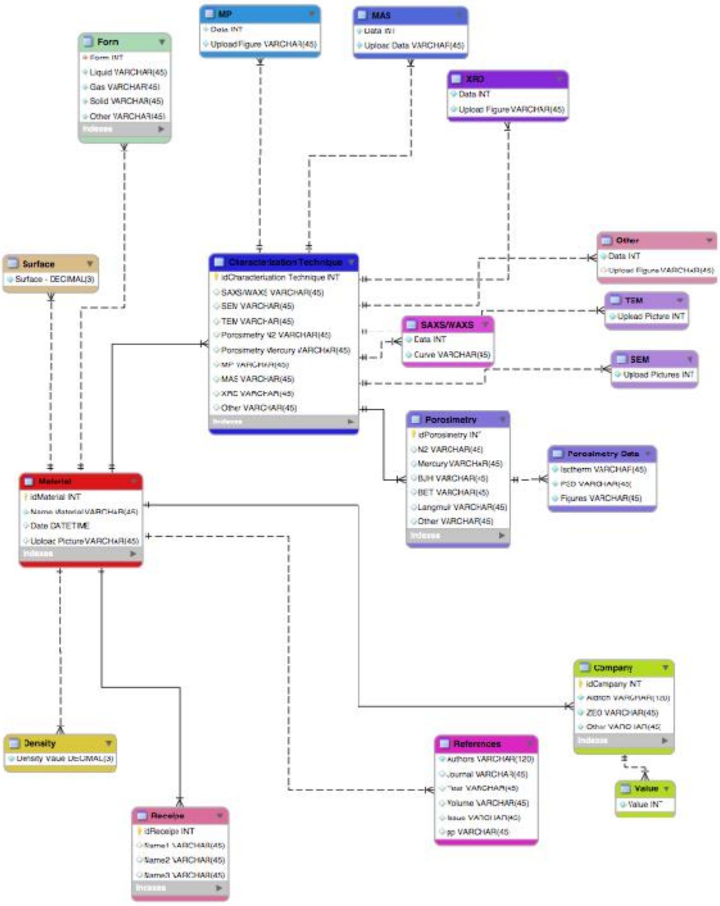
Λογισμικό Nanocapillary

Πραγματοποιείται η ανάπτυξη του λογισμικού Nanocapillary σε συνεργασία με τον J. W. Nolan. Αναλυτικότερα, υλοποιήθηκε η παραμετροποίηση του προγραμματιστικού περιβάλλοντος και διαμόρφωση όλων των απαραίτητων συνθηκών έτσι ώστε να μπορεί να λειτουργήσει σε Windows, Limux και Mac Os. Επίσης, συνεχίζεται η διαμόρφωση της βάσης δεδομένων των φασμάτων που λαμβάνονται από το όργανο της μικρογωνιακής σκέδασης ακτίνων – X. Τέλος δημιουργήθηκε ο απαραίτητος προγραμματιστικός κώδικας για τα form factors βασικών σχημάτων όπως σφαίρες, ελλείψεις, κυλίνδρους και πολυμερή.

Η υλοποίηση της βάσης δεδομένων του λογισμικού, που είναι απαραίτητη για την εισαγωγή των δεδομένων από διάφορους χρήστες, πραγματοποιείται με το λογισμικό ανοικτού κώδικά MySQL Workbench. Η βάση δεδομένων περιλαμβάνει στοιχεία όπως το είδος του υλικού, τη μορφή του, το μέγεθος των πόρων του, τα γραφήματα σκέδασης, τα αποτελέσματα ποροσιμετρίας υδραργύρου και αζώτου, εικόνες από ηλεκτρονική μικροσκοπία σκέδασης και σάρωσης κ.α. Η ανάπτυξη της βάσης δεδομένων πραγματοποιείται με τέτοιο τρόπο, έτσι ώστε να είναι δυνατή η πολλαπλή αναζήτηση πληροφοριών χρησιμοποιώντας διαφορετικές παραμέτρους.

Η αρτιότητα της υλοποίησης και της λειτουργίας του λογισμικού Nanocapillary έχει άμεση συνάφεια με την πληρότητα των πληροφοριών που ενσωματώνονται στην βάση δεδομένων του λογισμικού. Για την όσο το δυνατό βέλτιστη λειτουργία του λογισμικού κατά το χρονικό διάστημα που αναφέρεται, συνεχίστηκε η υλοποίηση και η παραμετροποίηση της βάσης δεδομένων. Όπως παρουσιάζεται στην εικόνα 1, δημιουργήθηκε ένα κεντρικό πεδίο (Material

– κόκκινο χρώμα) που αποτελεί και τον πίνακα αναφοράς. Στον πίνακα αναφοράς συνδέονται όλοι οι υπόλοιποι πίνακες που ενσωματώνουν όλες τις απαραίτητες πληροφορίες - δεδομένα. Όπως προκύπτει επίσης από την εικ. 1, η βάση δεδομένων αναπτύσσεται σε βάθος τεσσάρων επιπέδων (layer) με σκοπό την ταχύτητα πρόσβασης και ανάκτησης δεδομένων. Τέλος κατά την παραμετροποίηση της Β.Δ. ενσωματώθηκαν δεδομένα όπως η ανάκτηση πληροφοριών μέσα από επιστημονικά άρθρα και βιβλία.



Εικ. 1. Βάση Δεδομένων έργου Nanocapillary

Η βάση δεδομένων εμπλουτίστηκε με τα ακόλουθα φάσματα μικρογωνιακής σκέδασης ακτίνων – Χ:

1. Zn_3Al – TiO_2
2. (Cu+Zn)(Al – TiO_2)
3. TiO_2 Seeds

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
πρόγραμμα για την ανάπτυξη
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

4. $(Cu+Zn)/(Fe+Ti)(TiO_2)$
5. Zn_3Al
6. Zn_3Fe
7. $(Cu+Zn)/Fe\text{-}TiO_2$
8. (Cu+Zn)/(Fe+Ti)
9. Zn(Fe+Ti)
10. $Zn/(Fe+Ti)\text{- }TiO_2$
11. (Cu+Zn)/Fe
12. (Cu+Zn)/Al
13. $Zn_3Fe\text{- }TiO_2$
14. NH_4F (3.7ml)
15. HF (0.6ml)
16. HF (1.0 ml)
17. NH_4F (2.2ml)
18. NaF (33ml)
19. NaF (20ml)

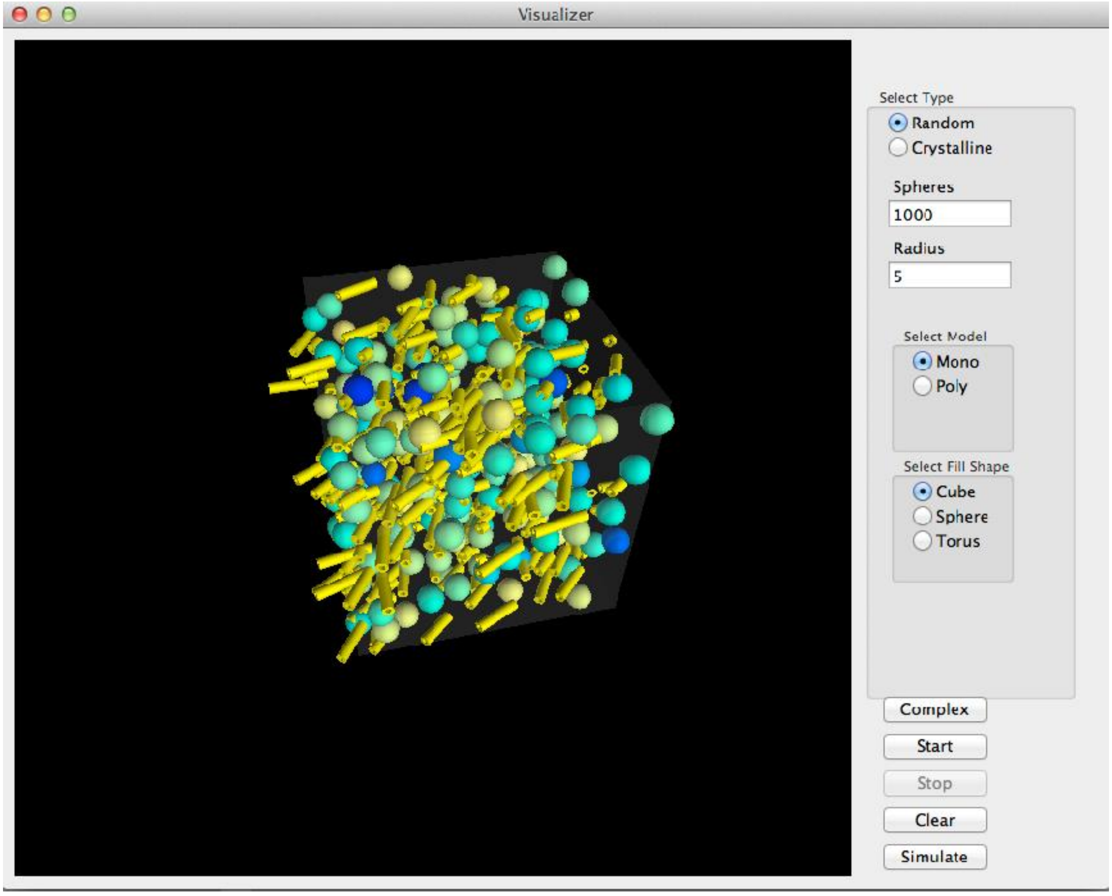
Τα υλικά αυτά αποτελούν καλά οργανωμένα μεσοπορώδη υλικά και παρουσιάσουν χαρακτηριστικά φάσματα. Τέλος στην υλοποίηση του λογισμικού βελτιώθηκε ο κώδικας για την εφαρμογή του προτύπου υλικού στην αρχικοποίηση του. Πιο συγκεκριμένα, αναπτύχθηκε κώδικάς που υπολογίζει αυτόματα το κέντρο και την ακτίνα του πρότυπου υλικού, έτσι ώστε να καθίσταται ευκολότερος ο υπολογισμός άλλων υλικών που θα εισάγονται στην βάση δεδομένων.

Κατά το προαναφερθέν χρονικό διάστημα συνεχίστηκε η υλοποίηση της βάσης δεδομένων του λογισμικού Nanocapillary σε συνεργασία με τον Dr. J. W. Nolan. Επίσης κατά το ίδιο χρονικό διάστημα αναπτύχθηκε το interface του λογισμικού Nanocapillary. Το interface αναπτύχθηκε σε Qt Designer, το οποίο έχει την δυνατότητα δημιουργίας XML αρχείων που μπορούν με ευκολία να εισαχθούν σε αρχεία τύπου python .py, το βασικό πρόγραμμα ανάπτυξης του λογισμικού.

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
πρόγραμμα για την ανάπτυξη
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

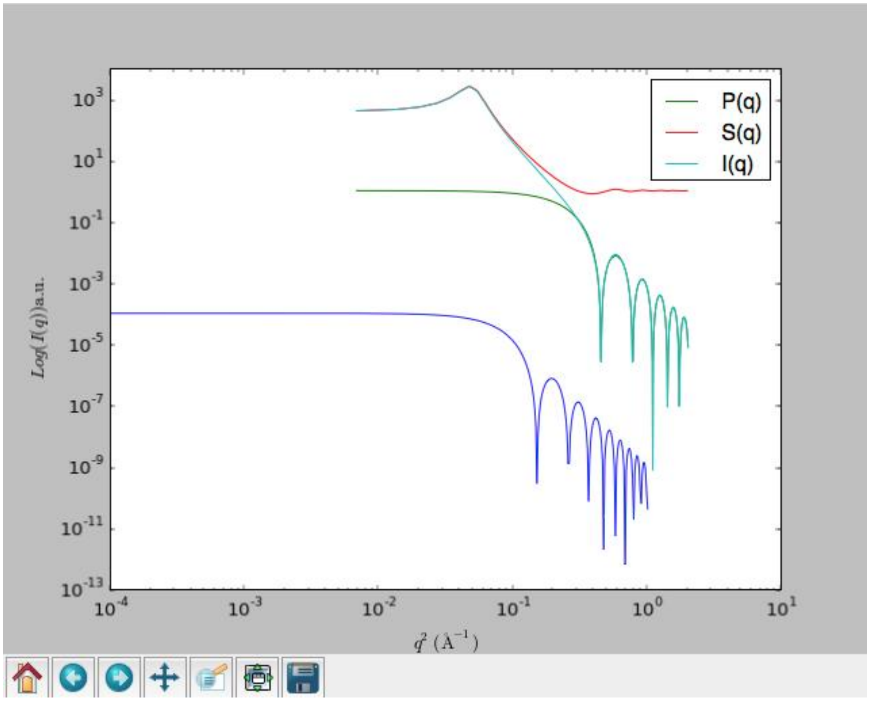
Τα τρία βασικά σημεία που ξεκίνησαν στην ανάπτυξη του interface είναι το τμήμα της βάσης δεδομένων, το τμήμα που κάνει αναπαράσταση σε 3 διαστάσεις το υπό μελέτη υλικών και τέλος το κομμάτι της προσομοίωσης της λειτουργίας του SAXS.

Στο χρονικό διάστημα αυτό συνεχίστηκε η υλοποίηση του interface του λογισμικού σε συνεργασία με τον Dr. J. Nolan. Αναλυτικότερα συνεχίστηκε η ανάπτυξη του κομματιού που πραγματοποιεί την τρισδιάστατη απεικόνιση. Στην πραγματικότητα επιτρέπει στον τελικό χρήστη να αναπτύξει και να απεικονίσει ένα μοντέλο ενός υλικού στον τρισδιάστατο χώρο.

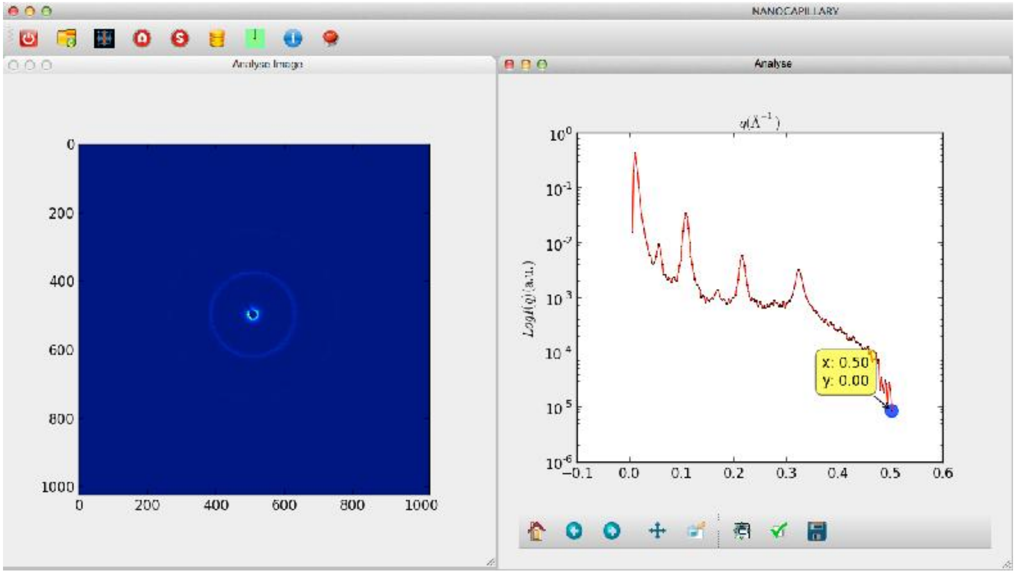


Τέλος κατά το ίδιο χρονικό διάστημα συνεχίστηκε η υλοποίηση του προσομοιωτή SAXS. Με την βοήθεια του συγκεκριμένου interface ο τελικός χρήστης είναι σε θέση να προσομοιώσει πειράματα μικρογωνιακής σκέδασης ακτίνων – Χ.

Άλλη σημαντική λειτουργία είναι ότι μπορείς να εισάγεις πρότυπα αποτελέσματα που είναι απαραίτητα για αρχικοποίηση διαφορετικών ανιχνευτών. Αυτό δίνει την δυνατότητα στο να χρησιμοποιηθεί το λογισμικό από μεγάλες ερευνητικές ομάδες με όργανα διαφορετικών εταιρειών από αυτό που διαθέτει το εργαστήριο Ήφαιστος του ΤΕΙ ΑΜΘ.

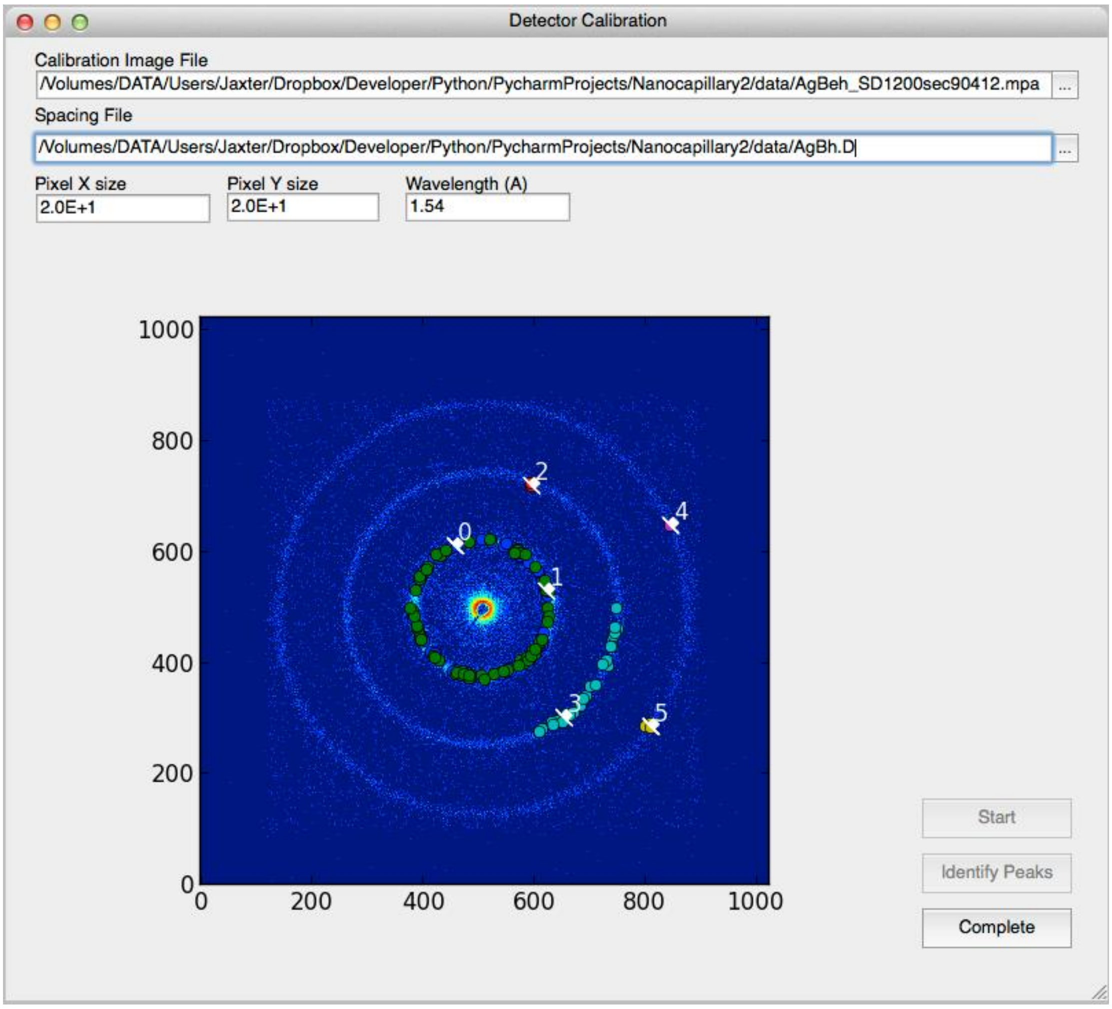


Στην εικόνα απεικονίζεται ένα αποτέλεσμα σκέδασης ακτίνων - Χ ενός υλικοί



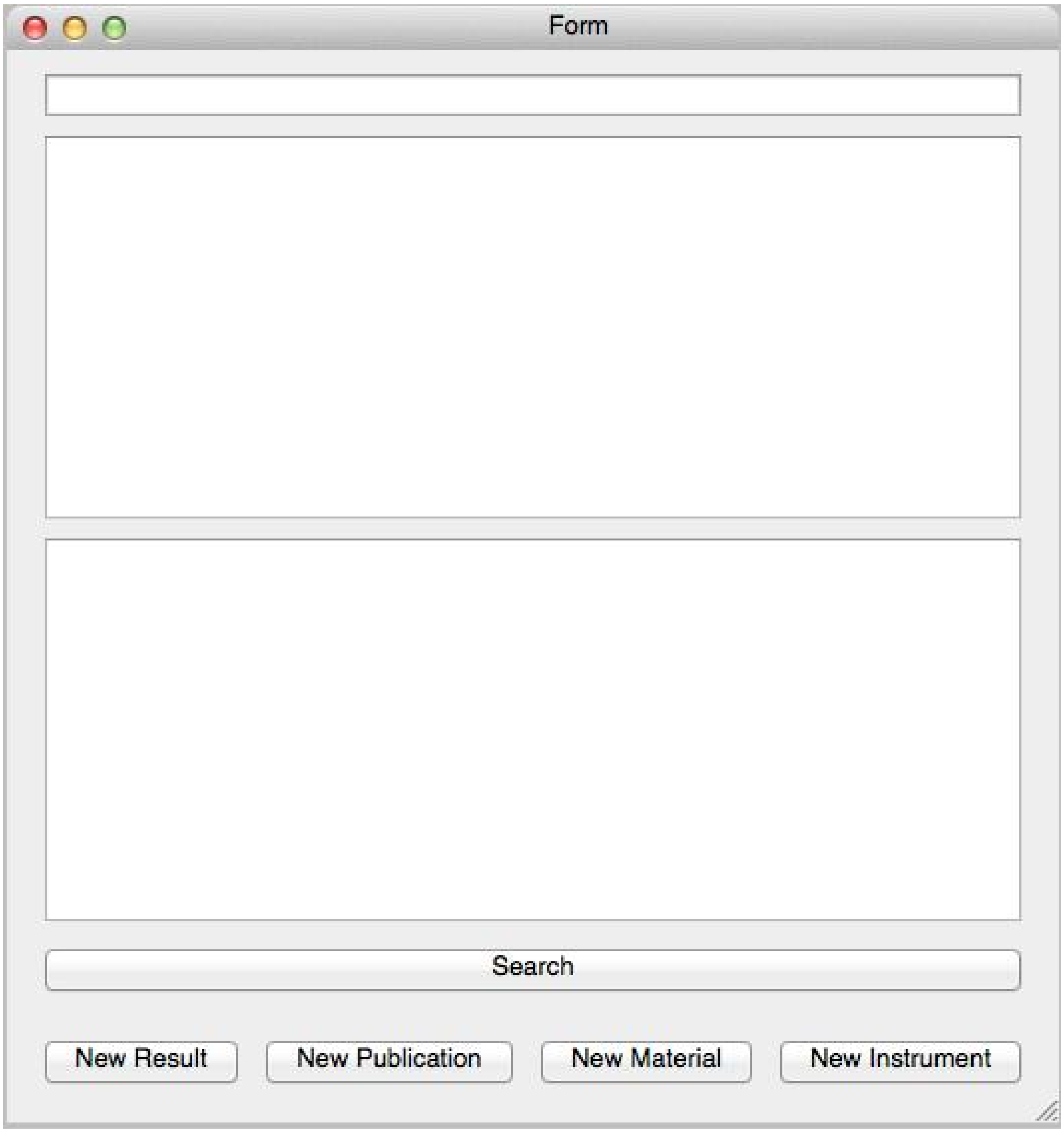
Εισαγωγή και αποτέλεσμα φάσματος από AgBeh.

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
πρόγραμμα για την ανάπτυξη
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης



Για το καλιμπράρισμα του ανιχνευτή αναπτύχθηκε λογισμικό που αναγνωρίζει του δακτύλιους του πρότυπου υλικού. Αφού γίνει μια φορά το λογισμικό Nanocapillary δημιουργεί αυτόματα ένα αρχείο που ανοίγει σε όλα τα υπόλοιπα δεδομένα

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης



Στην άνωθι εικόνα φαίνεται ευδιάκρητα το «παράθυρο» εισαγωγής δεδομένων. Υπάρχει η δυνατότητα για εισαγωγή νέων αποτελεσμάτων, νέων δημοσιεύσεων, νέου υλικού και νέου οργάνου ανάλυσης.

Δημοσιεύσεις

Στο σχεδιασμό του έργου προβλέφθηκε επίσης μια ενότητα εργασίας η οποία αφορά αποκλειστικά ενέργειες δημοσιότητας και διάχυσης των ερευνητικών αποτελεσμάτων.

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

1. E.P. Favvas, K.L. Stefanopoulos, A. Vairis, J.W. Nolan and A.Ch. Mitropoulos, "*In situ SAXS investigation of dibromomethane adsorption in ordered mesoporous silica*", Eighth International Symposium Effects of Surface Heterogeneity in Adsorption and Catalysis on Solids, 27th – 31st August, **2012**, Krakow, Poland, Proceedings, pp. 238–239.

2. Evangelos P. Favvas, Konstantinos L. Stefanopoulos, Nikolaos Ch. Vordos and Athanasios Ch. Mitropoulos, "*In situ SAXS study of adsorption in porous glass including hysteresis scanning measurements*", 11th International Conference on the Fundamentals of Adsorption (FOA), 19th–24th May, **2013**, Baltimore, USA.

3. Evangelos P. Favvas, Konstantinos L. Stefanopoulos, Achilles Vairis, John W. Nolan, Karsten D. Joensen, Athanasios C. Mitropoulos, "*In situ SAXS investigation of dibromomethane adsorption in ordered mesoporous silica*", Adsorption, 19, **2013**, 331-338.

4. E.P. Favvas, K.L. Stefanopoulos, N.Ch. Vordos, G.I. Drosos, A.Ch. Mitropoulos, "*Characterization of calcium sulfate bone graft substitutes by porosimetry methods*", 6th Panhellinic Conference of Porous Materials, 9th–10th September, **2013**, Cavala, Greece.

5. E.P. Favvas, K.L. Stefanopoulos, N.Ch. Vordos, A.Ch. Mitropoulos, "*Dibromomethane adsorption on mcm-41 by in situ saxs*", 6th Panhellinic Conference of Porous Materials, 9th – 10th September, **2013**, Cavala, Greece.

6. J.W. Nolana, D. Gkika, N. Vordos, E.P. Favvas, A.Ch. Mitropoulos, "*The NANOCAPILLARY Software for Analysis, Simulation and Cataloging of Small Angle X-Ray Scattering data*", 6th Panhellinic Conference of Porous Materials, 9th – 10th September, **2013**, Cavala, Greece.

7. K.D. Karakosta, E.P. Favvas, E.P. Kouvelos, N.C. Kokkinos, A.Ch. Mitropoulos, R. Nickolov, "A study of domain theory on Vycor glass", 6th Panhellinic Conference of Porous Materials, 9th – 10th September, **2013**, Cavala, Greece.

8. D.A. Gkika, P. Cool , E.F. Vansant, J.W. Nolan, N. Vordos, E.P. Favvas and A.Ch. Mitropoulos, "*How much do nanomaterials cost?*", 6th Panhellinic Conference of Porous Materials, 9th – 10th September, **2013**, Cavala, Greece.

ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΣΠΑ 2007-2013
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

9. E.P. Favvas, K.L. Stefanopoulos, N.Ch. Vordos, A.Ch. Mitropoulos, "In situ CH_2Br_2 adsorption and SAXS measurements in MCM-4", **Under review** in COPS-X Conference, 10^{th} – 14^{th} May, **2014**, Granada, Spain.

Ευρωπαϊκή Ένωση
Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΔΙΑ ΒΙΟΥ ΜΑΘΗΣΗ
επένδυση στην κοινωνία της γνώσης
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ
ΕΣΠΑ 2007-2013
ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΩΝΙΚΟ ΤΑΜΕΙΟ
Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης