

Улучшенная воспроизводимость измерений удельной площади поверхности по БЭТ с помощью AFSM™ (улучшенное измерение свободного пространства)

Приборы серии BELSORP

Изотерма сорбции газа измеряется при определенной температуре. Обычно жидкие хладагенты (например, жидкий азот, сокращенно LN₂) используются для поддержания постоянной температуры, 77 К в случае азота (точка кипения). Жидкий азот в сосуде Дьюара испаряется во время измерения адсорбции, и уровень жидкости постепенно снижается.

В волюметрической системе адсорбированное количество рассчитывается по изменению давления до и после адсорбции на основе уравнения идеального газа. Определенное количество газа с давлением p_i заполняется в коллектор (манифольд) известного объема V_s . Клапан порта для пробы открывается и измеряется давление после достижения равновесия p_e .

$$N = n_1 - n_2 = [(p_i - p_e) V_s - p_e V_d] / RT$$

N = количество адсорбированного вещества

n_1 = количество газа при давлении p_i

n_2 = количество газа при давлении p_e

p_i = начальное давление (до адсорбции)

p_e = равновесное давление (после адсорбции)

V_s = геометрический объем коллектора (манифольда)

V_d = мертвый объем

R = универсальная газовая постоянная 8,314 Дж/моль*К

T = температура

По разности давлений p_i и p_e и мертвому объему V_d можно рассчитать адсорбированное количество. Мертвый объем в кювете для образца постепенно изменяется вместе с этим уровнем хладагента. Однако есть два варианта учета мертвого объема во время измерения. Мертвый объем определяется в начале или в конце измерения и старается поддерживать его постоянным в течение всего измерения.

Запатентованная технология Microtrac MRB: AFSM™ (улучшенное измерение свободного пространства) определяет начальный мертвый объем кюветы для образца и исходный мертвый объем эталонной кюветы.¹

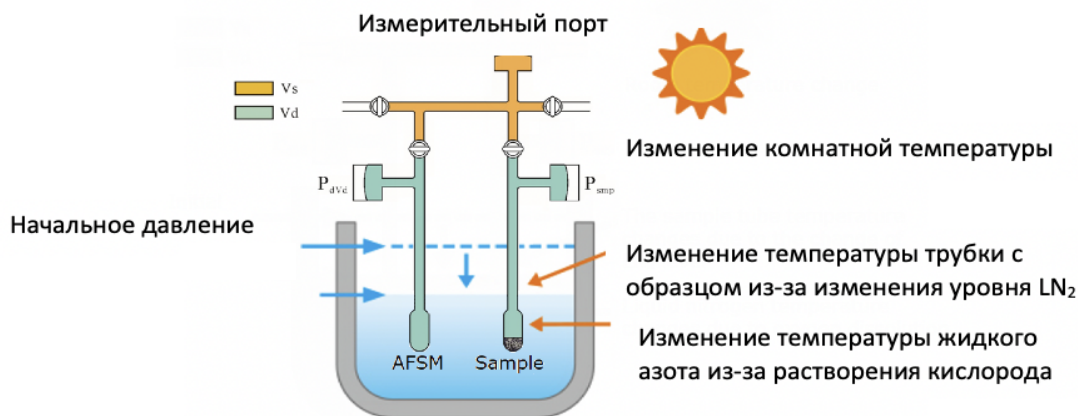


Рис. 1 Измерения изотермы адсорбции с использованием LN₂ и LAr методом AF5M

Поскольку изменение мертвого объема в кювете образца и эталонной кювете одинаково, изменение мертвого объема непрерывно отслеживается через эталонную кювету. Таким образом, AF5M™ позволяет рассчитать адсорбированное количество на основе измеренного мертвого объема в любое время во время измерения, не поддерживая постоянный уровень жидкости хладагента в течение всего измерения (см. Рис. 1). Можно учитывать изменения комнатной температуры во время измерения и изменения температуры жидкого азота из-за растворения кислорода, что обеспечивает точную и воспроизводимую оценку количества адсорбции. Изменение мертвого объема в кювете для образца выражается следующим уравнением:

$$dVd = [1 - (p_i / p_e)] * V_{d,ref}$$

$$V_{d,sample} = V_{d,ini} - dVd$$

dVd = изменение свободного пространства
 V_{d,ref} = мертвый объем эталонной кюветы
 V_{d,sample} = мертвый объем кюветы для образца
 V_{d,ini} = начальный мертвый объем кюветы для образца

На рисунке 2 показан график с общей площадью поверхности по горизонтальной оси и воспроизводимостью по вертикальной оси для трех типичных материалов с различными площадями поверхности.

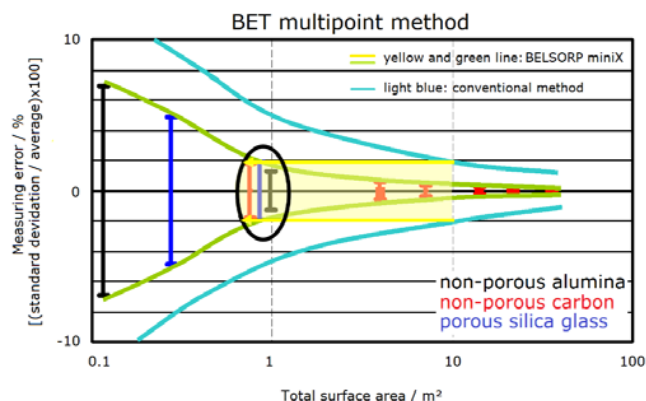


Рис.2 Воспроизводимость площади поверхности по БЭТ для непористого оксида алюминия, непористого углерода и пористого диоксида кремния.

Сравнение традиционного метода (VD поддерживается постоянным; голубой цвет) и AF5M (постоянное измерение VD; зеленый цвет) показывает, что AF5M более воспроизводим во всем диапазоне площади поверхности, особенно для меньших площадей поверхности БЭТ. С помощью AF5M можно измерять низкие общие поверхности до 1 м² с воспроизводимостью ± 2%, в то время как традиционные методы ограничиваются 10 м² с аналогичной воспроизводимостью. В итоге чувствительность улучшена в 10 раз благодаря методу AF5M™.

Ссылки

¹: AF5MTM; US Patent:6.595.036