

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 LN<sub>2</sub>) 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.<sup>1</sup>

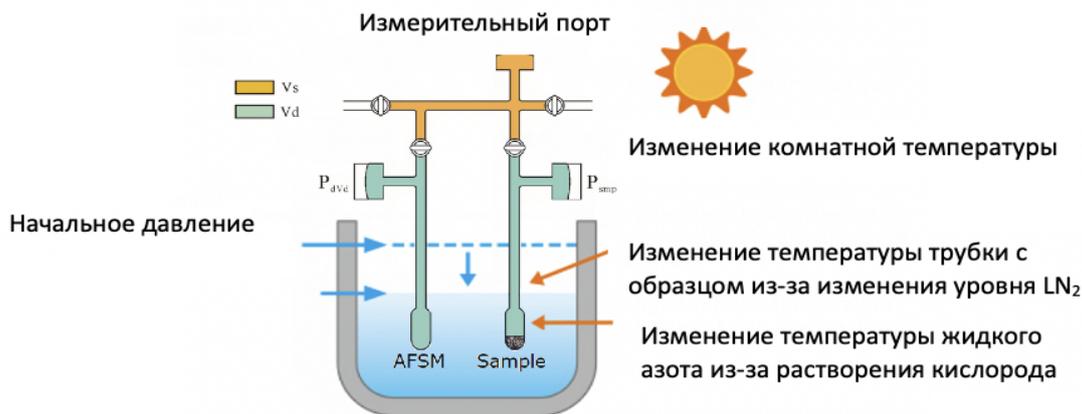


Рис. 1 Измерения изотермы адсорбции с использованием LN<sub>2</sub> и LAr методом AFSM

Поскольку изменение мертвого объема в кювете образца и эталонной кювете одинаково, изменение мертвого объема непрерывно отслеживается через эталонную кювету. Таким образом, AFSM™ 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.

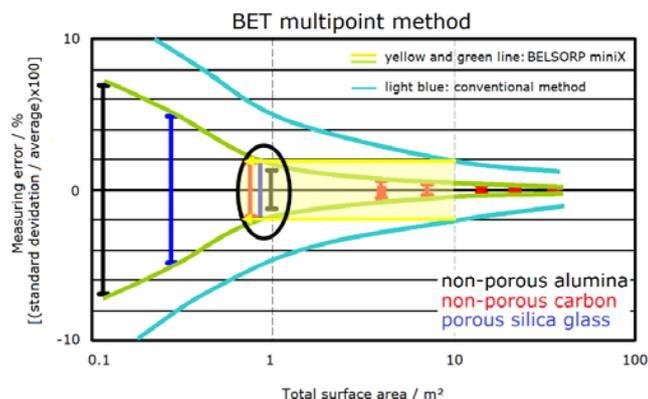


Рис.2 Воспроизводимость площади поверхности по БЭТ для непористого оксида алюминия, непористого углерода и пористого диоксида кремния.

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

#### Ссылки

<sup>1</sup>: AFSM™; US Patent:6.595.036