

Улучшенная воспроизводимость удельной площади поверхности BET с помощью AFSM (Улучшенное Измерение Свободного Пространства)

Приборы BELSORP

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

В объемной системе количество адсорбированного вещества рассчитывается по изменению давления до и после адсорбции на основе уравнения идеального газа. Определенное количество газа с давлением p_i заполняется в магистраль с известным объемом V_s . Клапан к отверстию для отбора проб открывается, и измеряется давление после достижения равновесного p_e .

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

N = адсорбированное количество вещества

n_1 = количество газа при давлении p_i

n_2 = количество газа при давлении p_e

p_i = начальное давление (перед адсорбцией)

p_e = равновесное давление (после абсорбции)

V_s = геометрический объем магистрали

V_d = мертвый объем

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

T = температура

Исходя из разности давлений p_i и p_e и мертвого объема V_d , можно рассчитать количество адсорбированного вещества. Мертвый объем в ячейке для образцов 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 его стараются поддерживать постоянным в течение всего измерения.

Наш запатентованный метод AFSM™ (Улучшенное Измерение Свободного Пространства) определяет начальный мертвый объем ячейки образца и начальный мертвый объем контрольной ячейки одновременно.¹

¹AFSM™, US Patent: 6.595.036

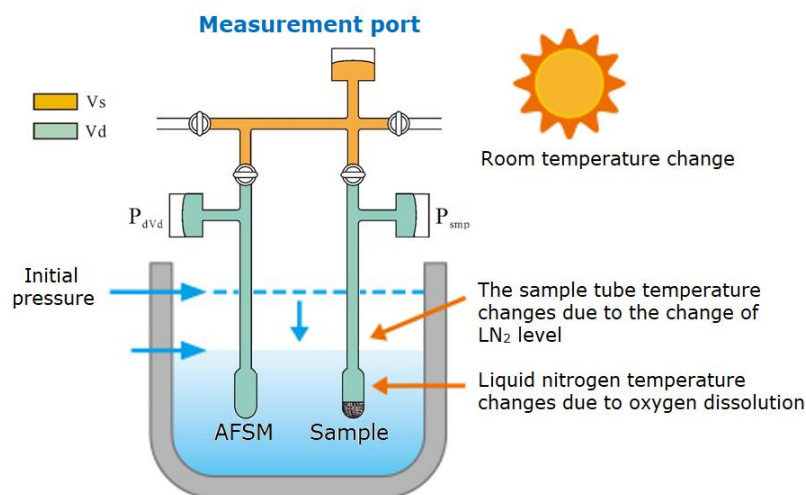


Рис. 1 Измерения изотермы адсорбции с использованием LN2 и LAr с помощью AFMS

Поскольку изменение мертвого объема в образце и контрольной ячейке одинаково, изменение мертвого объема непрерывно отслеживается через контрольную ячейку. Таким образом, AFMSM позволяет рассчитать количество адсорбированного вещества на основе измеренного мертвого объема в любое время во время измерения без поддержания постоянного уровня жидкости в хладагенте 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 позволяет точно и с высокой воспроизводимостью оценивать количество адсорбции. Изменение мертвого объема в ячейке образца выражается следующим уравнением:

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

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

dV_d = Изменение свободного пространства
 $V_{d,ref}$ = мертвый объем контрольной ячейки
 $V_{d,sample}$ = мёртвый объем ячейки образца
 $V_{d,ini}$ = начальный мертвый объем ячейки образца

Рис.2 демонстрирует график общей площади поверхности по горизонтальной оси и воспроизводимость по вертикальной оси для трех материалов с различными площадями поверхности.

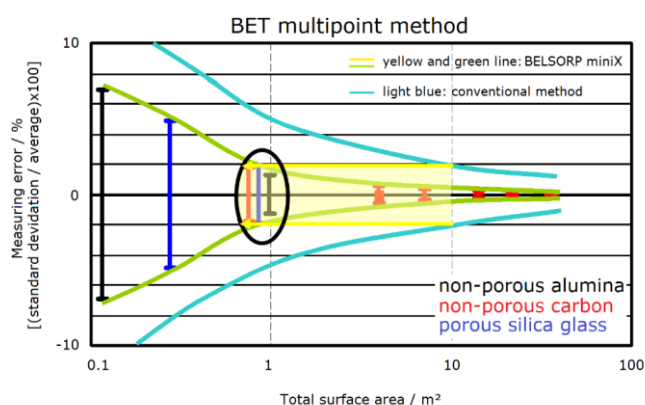


Рис. 2 Воспроизводимость площади поверхности BET непористого оксида алюминия, непористого углерода и пористого кремнезема

Сравнение между обычным методом (поддержание постоянного VD; светло-синий) и AFMS (непрерывное измерение VD; зеленый) показывает, что AFMS более воспроизводим во всем диапазоне площади поверхности, особенно для небольших площадей поверхности BET. С помощью AFMS можно измерять небольшие общие поверхности до 1 м² с воспроизводимостью $\pm 2\%$, в то время как обычные методы ограничены 10 м² с аналогичной воспроизводимостью. Подводя итог, можно сказать, что, используя AFMS Вы повышаете чувствительность в 10 раз.