

ASAP 系列仪器微孔分析时的氦气效应

微孔材料（例如活性炭，分子筛和沸石等）在暴露到氦气中后，氦气会留在他们的孔结构中。氦气渗透到孔中，需要长时间的扩散才能离开材料。

这里对微孔活性炭的氦气滞留现象进行考察。示例的等温线展示了不同运行条件对减小或消除氦气滞留效应的影响。

分析中使用下述条件：

分析前样品在250 °C脱气5小时

液氮温度下液氮吸附质

所有分析使用相似的运行条件

低压进气模式，进气量 6 cm³/g STP

样品为：

JACARB1.SMP—输入自由空间（分析前未暴露于氦气中）

JACARB2.SMP—氦气测量自由空间，测量自由空间后不降下杜瓦瓶抽空

JACARB3.SMP—氦气测量自由空间，测量自由空间后降下杜瓦瓶抽空30分钟

JACARB4.SMP—氦气测量自由空间，测量自由空间后降下杜瓦瓶抽空5小时

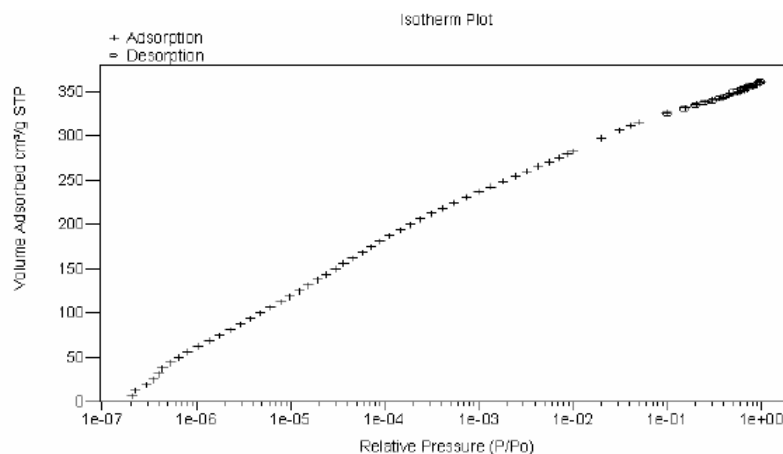


图 1. JACARB1.SMP

图1的等温吸附线为在分析前没有暴露于氦气中得到的。从图上可以看出，第一个微量进气的6 cm³/g 在相对压力10⁻⁷P/P₀处平衡。该等温吸附线正常且提供非常好的低压数据。

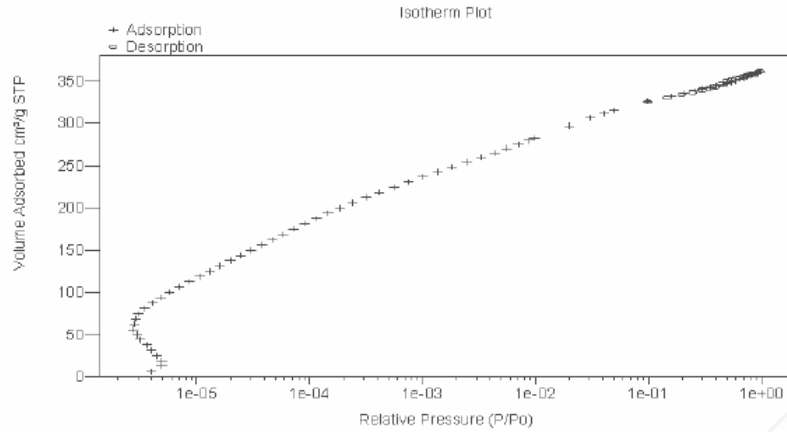


图2. JACARB2.SMP

图2 为使用氦气测量自由空间，测量自由空间后不降下杜瓦瓶抽空得到的等温吸附线。注意到，在前三个平衡点处，样品中扩散出氦气升高了相对压力。接下来的六个点，从样品中扩散出的氦气越来越少。大约12个点之后，数据重回到实际等温吸附线，不再受残余氦气影响。

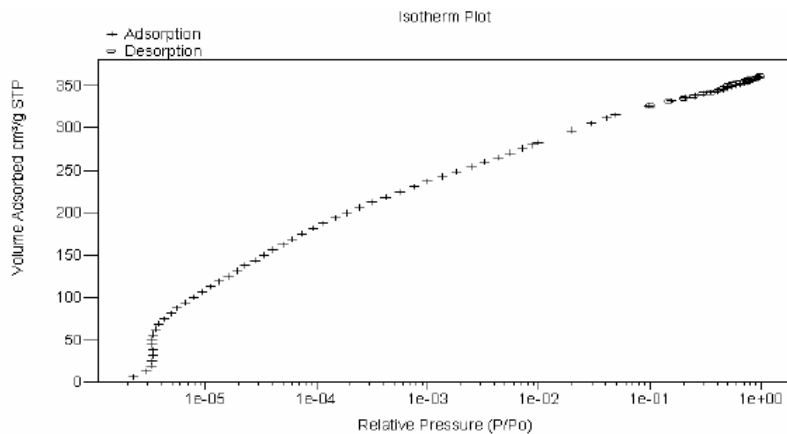


图3. JACARB3.SMP

图3为氦气测量自由空间，测量自由空间后降下杜瓦瓶抽空30分钟。可以看出，30分钟的抽空时间不足以完全将氦气从样品结构中清除。初始进气量仍为 $6 \text{ cm}^3/\text{g}$ ，但是第一个点仍平衡在 $10^{-6} P/P_0$ 处，比JACARB1分析的第一个进气平衡点高。

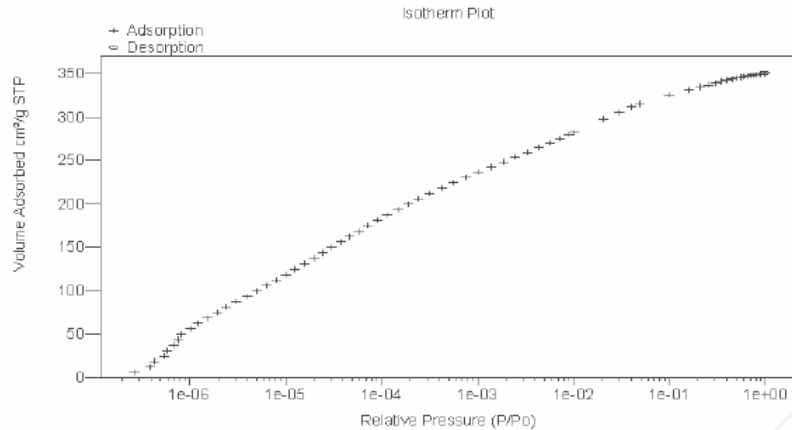


图 4. JACARB4.SMP

图4为氦气测量自由空间，测量自由空间后降下杜瓦瓶抽空5小时。初始进气量仍为 $6 \text{ cm}^3/\text{g}$ ，第一个点平衡在 $10^{-7} P/P_0$ 处，与JACARB1分析的第一个进气平衡点接近。但该等温吸附线仍样品中扩散出的氦气稍微影响。在六个数据点后，氦气产生的分压才不显著，平衡点重会到正常的等温吸附线上。

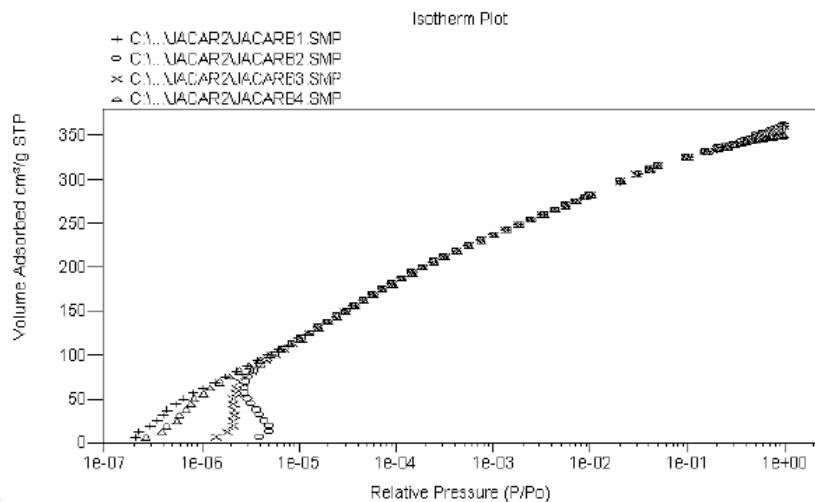


图 5. 等温吸附线的叠加图

图上明显的看出，在将样品暴露于氦气中后，在低压范围内样品中扩散出的氦气产生小部分压力，对等温吸附线不利影响。使用 ASAP 软件中 **Entered Free Space** 选项，可以避免暴露样品与氦气中，该干扰可消除。样品暴露于氦气中，如果将抽空时间加长，可以减少滞留在平衡中的氦气。但是，即使在室温下抽空 5 个小时后，仍有轻微的氦气干扰。最低压力点在 0.1 mmHg 范围内，所以氦气仍有很小的压力贡献，对平衡压力不利。

结论，避免所有的微孔样品暴露于氦气中是解决氦气扩散不利影响的最有效办法。使用 ASAP 软件中 **Entered Free Space** 选项，可以缩短分析时间。该方法简单易用，方便高效。