

ASAP2020 测定固体粉末以及多孔材料的储氢性能

美国麦克生产的Micromeritics [ASAP 2020](#)是一个广泛应用于各类材料气体吸附测试的“分析专家”，同样可用于固体粉末以及多孔材料氢气吸附性能的测定。针对燃料电池和储氢材料研究的需求，ASAP2020 的软件设计方便研究人员的专业操作。

1. 氢气等非冷凝探针分子的绝对压力定量；
2. 全新的报告内容，包括吸附氢气的重量百分率和压力组成曲线；
3. 预先设好的自由空间选项可以缩短分析时间，提升的精密度以及减小其他气体如氦气的干扰。

氢气吸附分析测试需要适当的准备样品，一般采用两步脱气过程。首先，样品在脱气站进行脱气处理，除去常温常压下吸附在样品上的水和CO₂等惰性气体。其次，在分析站对样品彻底脱气处理。

美国麦克公司生产的标准的带有密封塞的 ASAP2020 样品管 (1/2 英尺)，适用于此类研究。如果分析在低温环境（液氮温度或者液氩温度）进行，需要使用等温夹。填充棒会影响低压分析的精确度，因此在低温下分析时不推荐使用填充棒。

(A) 建立分析样品文件

1. 脱气条件(Degas Conditions):

a. Evacuation phase:

Temperature ramp rate: 10 °C/min

Target temperature: 90 °C

Evacuation rate: 5 mmHg/s

Unrestricted evacua. Form: 5 mmHg

Vacuum setpoint: 10 μmmHg

Evacuation time: 20 min。

b. Heating phase:

Ramp rate: 10 °C/min

Hold temp.: 300 °C

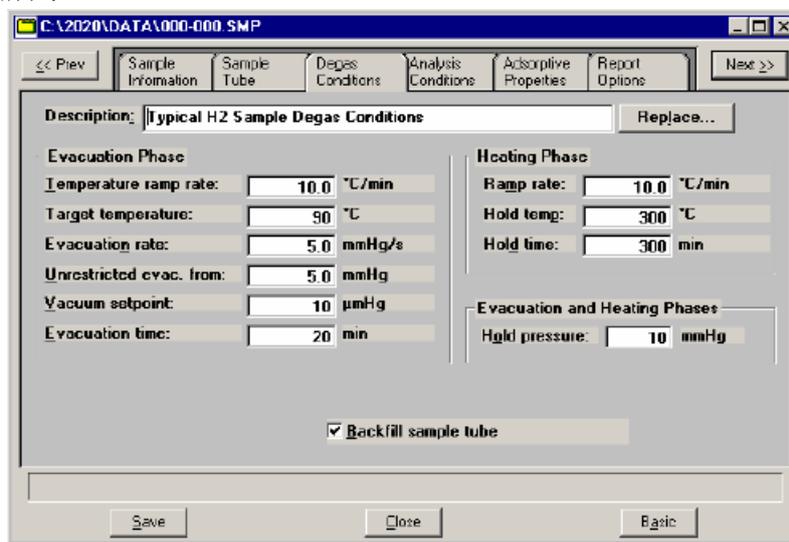
Hold time: 300 min。

c. Evacuation and heating phases

Hold pressure: 10 mmHg

d. 选择 **Backfill sample tube** 选项。

界面如下图所示：



2. 分析条件 (Analysis Conditions)

a. 选择 **Absolute pressure dosing** 选项

b. 输入适当的压力范围，最大压力不超过 850 mmHg。

c. 点击 **Preparation**：选择 **Fast evacuation** 选项，**Evaluation time** 输入 0。样品使用特殊的处理方式（见处理样品操作）。

d. 点击 **Free space**：选择 enter 或者 calculate 选项。根据 Micromeritics 应用手册 104 决定样品的自由空间。

e. 点击 **p° and T**：选择选项 4，输入温度。

f. 点击 **Dosing**：选择 **low pressure incremental dose mode** 选项，在 **Dose amount** 中输入 $1 \text{ cm}^3/\text{g}$ 。其他选项使用默认值。

g. 点击 **Equilibration**：Equilibration Interval. 输入 45。

h. 点击 **Backfill**：Backfill at start of analysis 选项不选。

3. Adsorptive Properties

a. **Mnemonic** 输入 H_2 。

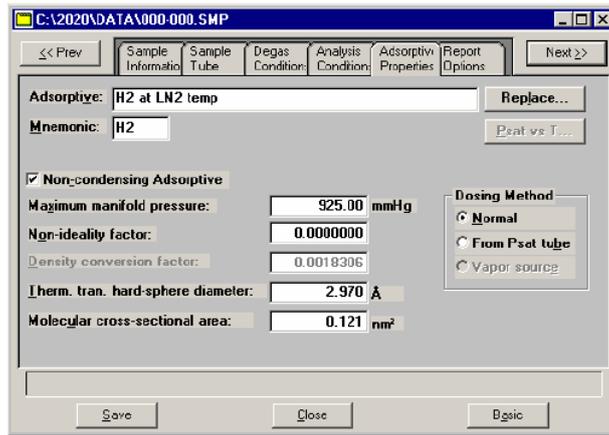
b. 选择 **Non-condensing adsorptive option** 选项。

c. **Non-ideality factor** 选项输入 0，其余使用默认值。

d. **Therm. tran. Hard-sphere diameter** 选项输入 2.97 \AA 。

e. **Molecular cross-sectional area** 选项输入 0.121。

界面如下图所示：



4. Report Options

- 双击选择编辑 **Isotherm Report Options**。
- Tabular report** 中，选择 **Linear absolute plot**（见图 1），**Logarithmic absolute plot** 和 **Pressure composition isotherm**（见图 2）选项。
- Tabular Options** 选项中选择 **Weight %**。
- Adsorbate Molecular Weight** 中输入 2.00。

其余选项使用默认值，界面如下图所示：



报告举例：

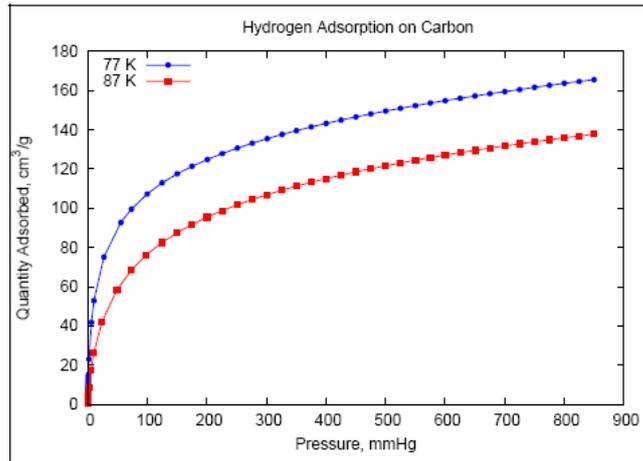


Figure 1. Example Hydrogen Adsorption Isotherm

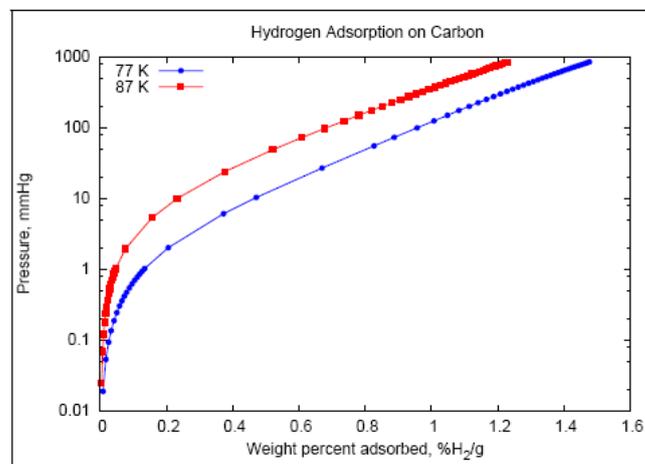
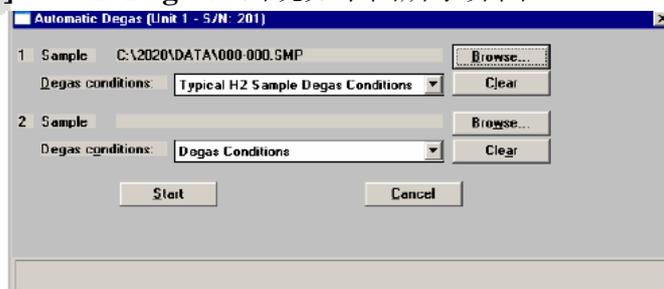


Figure 2. Example Pressure Composition Isotherm

处理样品:

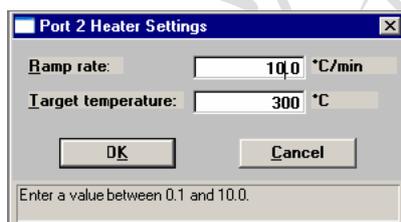
待分析样品首先在处理站脱气，其次将在分析站进行进一步脱气。

1. 将样品管装到处理站上。
2. 选择 **Unit [n] > Start Degas**，出现如下图所示界面，



3. 点击 **browse**，选择建立的样品文件。
4. 点击 **start** 开始脱气。
5. 在初始脱气结束后，将样品从处理站取下。

6. 如果在低温（液氮或者液氩）温度下分析，推荐使用等温夹。
7. 将样品管装到分析站上，将等温夹上移直到接触到分析站。
8. 将脱气站 2 的加热包夹到样品管，加热包至少低于等温夹 1 cm。直接对等温夹加热会造成脱色甚至永久性损伤。
9. 选择 **Unit [n] > Show Instrument Schematic**，使用人工控制。
10. 关闭所有的阀。
11. 打开氮气阀（一般为 P1），PS, 4, 5, 和 7。
12. 氮气回填压力至 780 mmHg。
13. 关闭阀 PS, 4, 5。
14. 打开阀 9 和 2。
15. 抽真空至低于 5 mmHg。
16. 打开阀 1。
17. 关闭阀 2, 7。
18. 选择 **Unit [n] > Degas > Show Degas Schematic**，使用人工控制。
19. 鼠标右键点击脱气站 2 的样品管图标选择 set，出现如下图所示界面，



Ramp rate 输入 10，**Target temperature** 输入 300。

20. 建议样品在 300 C 脱气至少 12 小时。

分析样品

1. 脱气完成后，取下加热包，样品管冷却至室温。将等温夹向下移直到接触到样品管球形部分。
2. 将杜瓦瓶置于样品台上。
3. 选择 **Unit [n] < Sample Analysis**，开始分析。