

cryoTune & cryoCooler

- Изотермы адсорбции аргона при 87 K по рекомендациям IUPAC и ISO
- Диапазон регулирования температуры 20-323 K
- Совместимы со всеми распространёнными газоадсорбционными анализаторами



Криостатные приставки для
адсорбционных анализаторов

Приставка cryoTune как инструмент исследований адсорбции газов

Традиционно в качестве стандартной методики исследования пористых адсорбентов используется адсорбция азота при температуре жидкого азота (77,4 К). Однако, с научной точки зрения, для анализа поверхности и пористости многих материалов предпочтительнее использование аргона или криптона (см. стандарт ISO 9277 и последние рекомендации IUPAC, см. Pure Appl. Chem. 87 (2015) 1051). В отличие от молекулы азота, молекулы одноатомных инертных газов являются сферически симметричными. Вследствие этого их пространственная ориентация уже не влияет на размещение молекул адсорбированного аргона и криптона на поверхности (см. рисунок 1). Полярность поверхностных групп также оказывает меньшее влияние на взаимодействие поверхности с атомами криптона и аргона благодаря отсутствию электрического квадрупольного момента у атомов благородных газов.

Кроме того, в различных областях науки и техники представляют интерес различные адсорбтивы такие, как метан, этан, пропан, н-бутан, кислород, диоксид углерода, SF₆ и другие. Приставки серии cryoTune нуждаются для работы только в относительно доступном жидком азоте в качестве криогенного охладителя и позволяют использовать в адсорбционном эксперименте температуры в диапазоне от 77 до 323 К (см. рисунок 2). Более того, данные приставки дают возможность выполнять измерения термодинамических характеристик адсорбции, требующих прецизионное варьирование температуры.

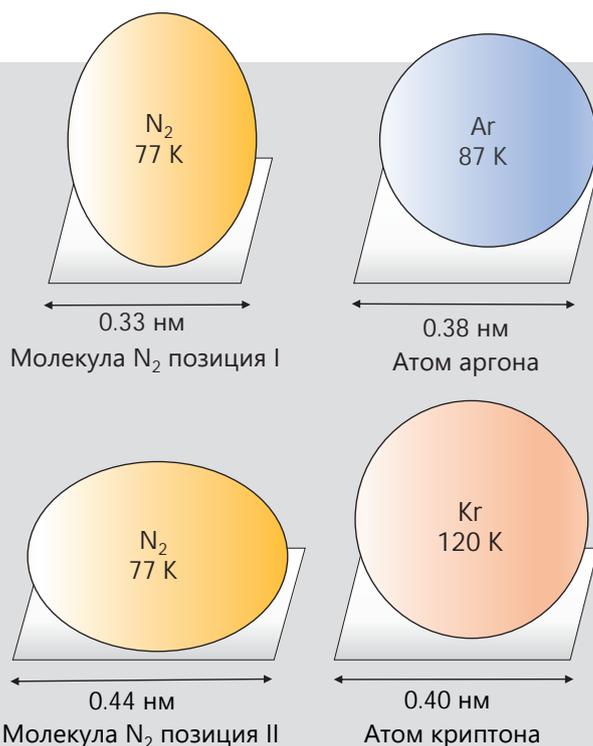
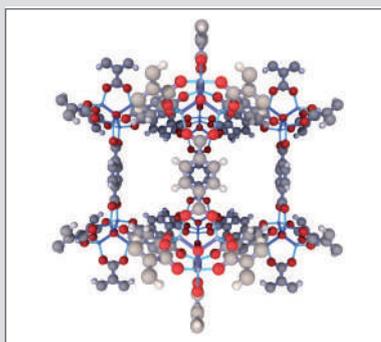


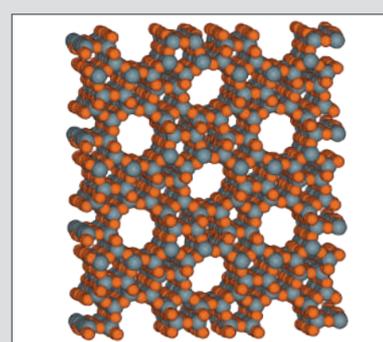
Рисунок 1 Сравнение молекулы азота при 77 К с молекулами (атомами) инертных газов: аргоном при 87 К и криптоном при 120 К. Молекула азота может адсорбироваться в разных положениях, тогда как сферическая форма молекул аргона и криптона позволяет им иметь только одно положение на поверхности.



MOF/Гибридные материалы



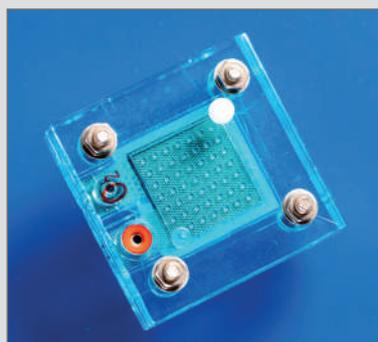
Активные угли



Цеолитные материалы



Исследование материалов



Батареи и топливные элементы



Химическая технология

cryoTune & cryoCooler

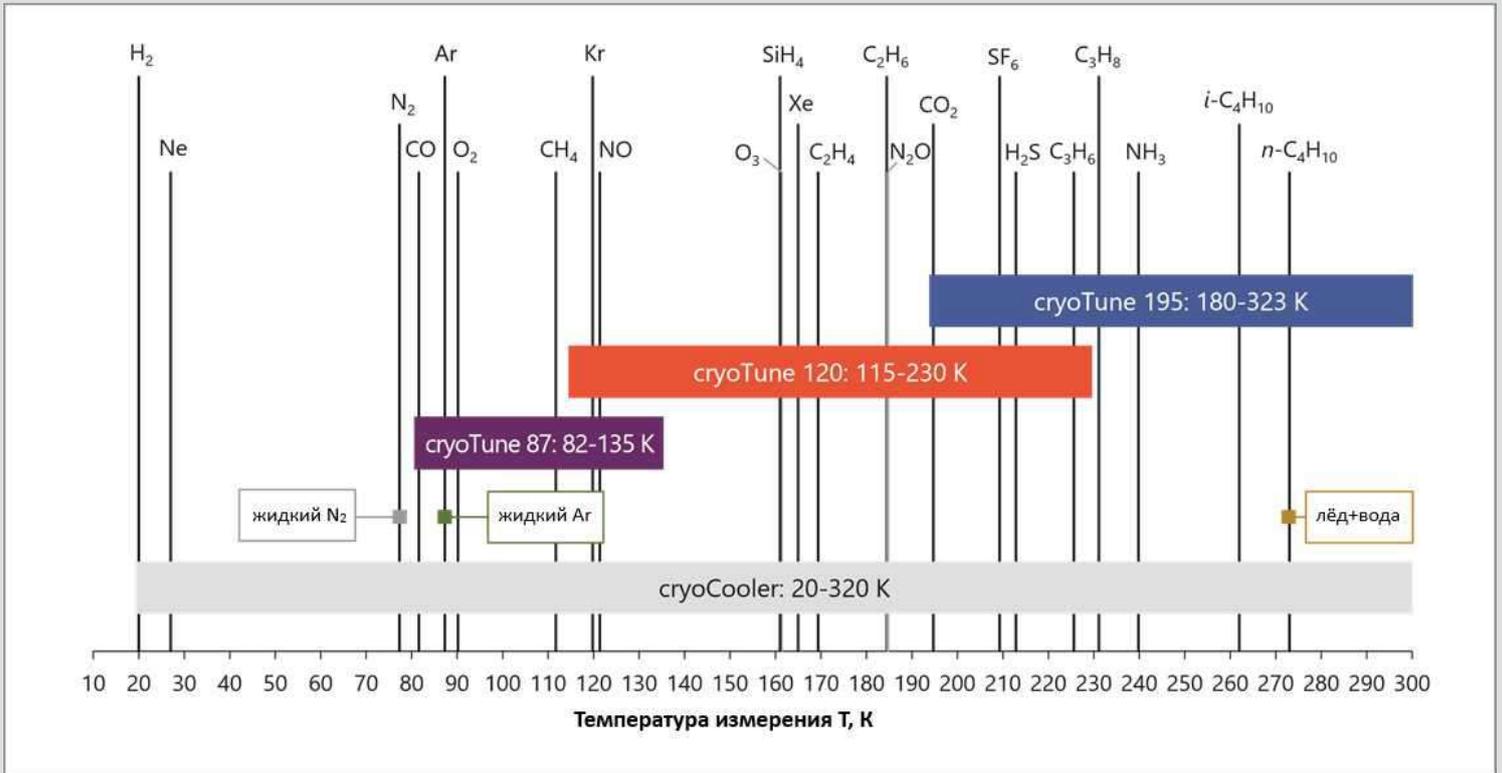


Рисунок 2 Температуры кипения различных адсорбтивов и диапазоны, доступные для проведения измерений с использованием различных веществ, включая жидкий азот, в сравнении с рабочим диапазоном приставок cryoTune и cryoCooler

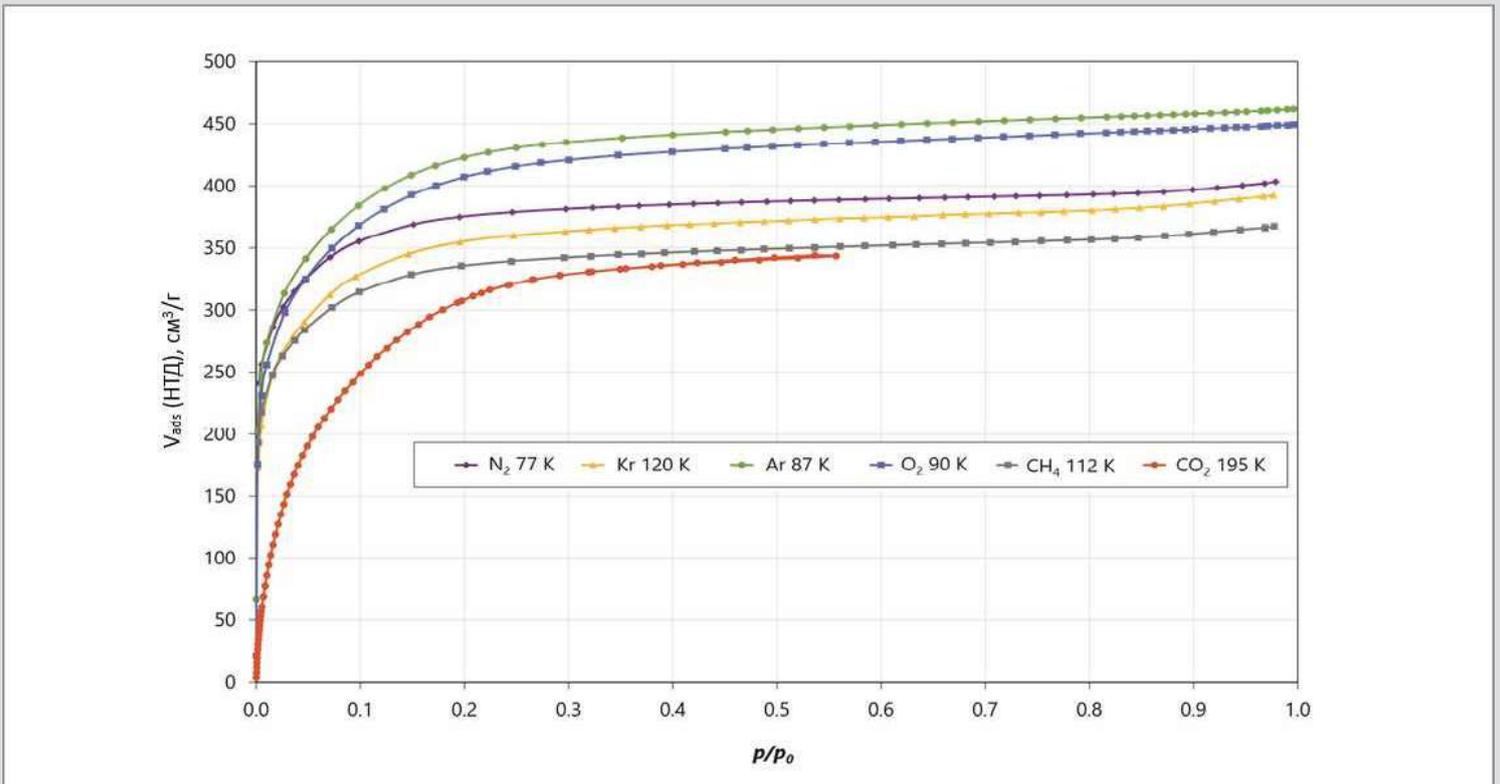


Рисунок 3 Изотермы адсорбции различных газов при их нормальных температурах кипения на образце активного углерода

cryoTune & cryoCooler

Особенности и преимущества cryoTune и cryoCooler

cryoTune и cryoCooler обеспечивают экспериментальную основу для сорбционных исследований и обладают следующими преимуществами :

■ Точность

В отличие от регулирования с использованием нормальной точки кипения криогенного охладителя, при применении приставки температура измерительной ячейки не зависит от атмосферного давления. Более того, холодная зона ячейки уменьшается до минимально возможной величины и остаётся постоянной в ходе всего измерения. Стабильность температуры поддерживается на уровне ± 0.004 К. И, наконец, коэффициент неидеальности адсорбтива рассчитывается автоматически.

■ Гибкость

Приставки cryoTune и cryoCooler совместимы со всеми доступными адсорбционными анализаторами и открывают доступ к широкому диапазону температур измерения, получение которых раньше было затруднено. Для получения информации о совместимости Вашего анализатора с криоприставками обращайтесь к представителям ZP Instruments в вашем регионе. Приставка cryoTune проста в работе и функционирует бесшумно.

■ Экономичность

Приставка cryoTune является экономичной заменой дорогостоящих криогенных жидкостей и потребляет дешёвый жидкий азот. Стоимость трёх приставок ZP cryoTune существенно ниже одной приставки ZP cryoCooler (см. ниже информацию о cryoCooler, для измерений ниже 77 К).

■ Экологичность

Приставки cryoTune можно применять для широкого диапазона температур. Однако для адсорбции водорода при 20 К и других задач, потребуется температура ниже 77 К, и в этих случаях необходима приставка cryoCooler. Следует также отметить, что приставка cryoTune нуждается в значительно меньшей площади для размещения по сравнению с cryoCooler и имеет меньшее энергопотребление и материалоемкость.

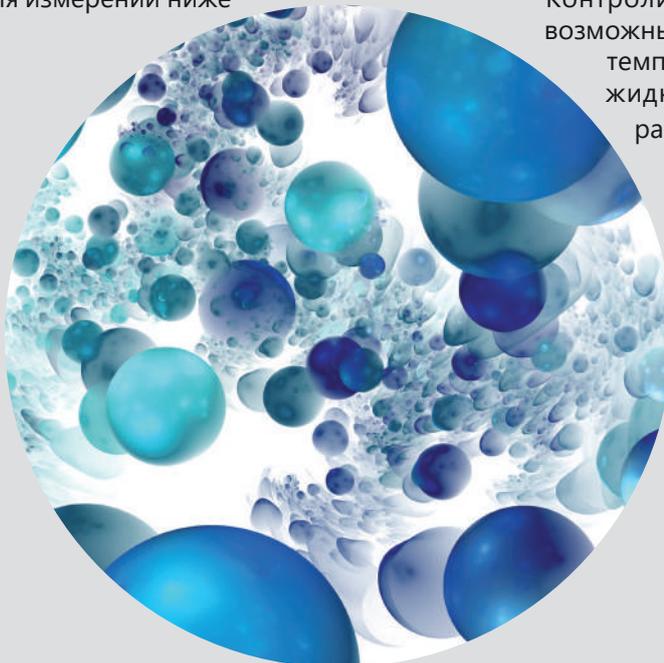
Возможности

- Изотермы адсорбции аргона при 87 К по рекомендациям IUPAC и ISO
- Диапазон регулирования температуры 20-323 К
- Совместимы со всеми распространёнными газоадсорбционными анализаторами
- Изотермы адсорбции других газов при нормальных температурах кипения (напр.криптон, метан, этан, пропан, н-бутан, кислород, диоксид углерода, SF6)
- Применение жидкого азота для диапазона 82-323К
- Измерение удельной поверхности БЭТ и анализ микропор с помощью благородных газов
- Термодинамические расчёты при разных температурах

Принцип действия cryoTune

Для регулирования температуры измерительная ячейка не погружается напрямую в жидкий азот, а находится внутри специального теплопроводящего блока, который помещен одним концом в жидкий азот, а область вблизи образца нагревается, что позволяет поддерживать заданный тепловой баланс в измерительной ячейке.

Контролируемый нагрев делает возможным точное поддержание температуры выше температуры жидкого азота в широком рабочем диапазоне.



Роль холодной и тёплой зоны в адсорбционных измерениях

Для поддержания постоянного уровня криогенного хладагента во время измерения используются несколько способов. Преимущества и недостатки наиболее известных приёмов приведены в таблице 1.

Принцип действия cryoTune лишён ряда известных недостатков:

- реализуется тёплый и холодный объём, независимый от температуры измерения;
- гарантируется постоянная малая холодная зона размером несколько сантиметров (см. рисунок 4): такое уменьшение свободного объёма становится особенно удобным при измерениях материалов с малой удельной поверхностью;
- положение образца относительно дьюара не изменяется, вследствие чего холодный и тёплый объём остаётся постоянным в ходе всего измерения.

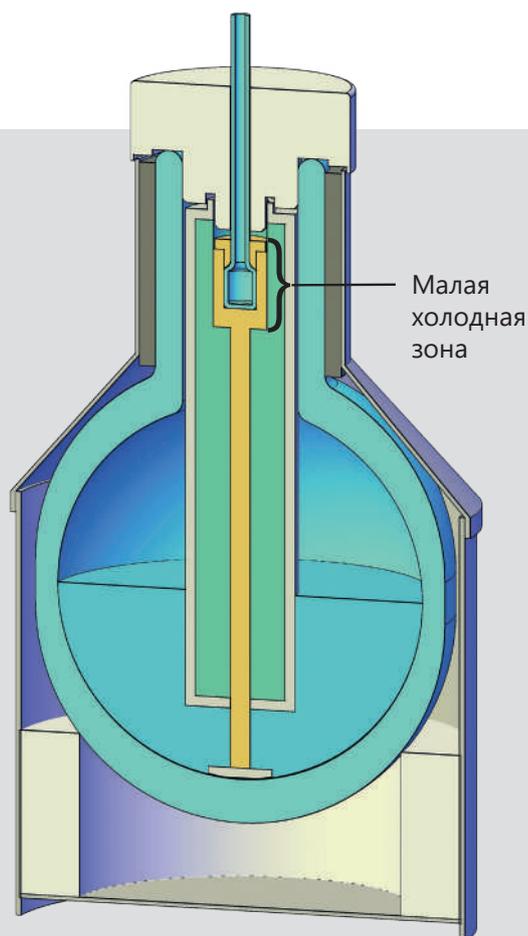


Рисунок 4 Схема приставки cryoTune с демонстрацией малой холодной зоны

Таблица 1 Принципы реализации постоянного холодного и теплового объёма в газоадсорбционных измерениях

Принцип поддержания тёплого и холодного объёма в адсорбционных приборах	Объём холодного свободного объёма ниже уровня жидкого азота	Холодный и тёплый объём в ходе измерения.
Применение принципа cryoTune	Малый	Постоянный
Использование изотермических рубашек	Большой	Постоянный
Использование датчика уровня	Малый	Изменение холодного и тёплого объёма из-за движения дьюара, ошибка зависит от величины свободного объёма
Использование дополнительной корректирующей ампулы	Большой в начале, изменяется в ходе измерения	Изменяется и корректируется с помощью дополнительной ампулы

Эксплуатация и использование ПО cryoTune

Продуманная конструкция cryoTune предохраняет кабели от перелома и предотвращает проникновение влаги внутрь сосуда дьюара, а смена измерительной ячейки производится без особых усилий, благодаря разъёмному фторопластовому кожуху. Небольшое отверстие в крышке позволяет доливать жидкий азот в ходе измерения, оно плотно закрывается между доливками, для уменьшения потерь хладагента. Специальная геометрия криогенного блока предотвращает проникновение жидкого азота в измерительный отсек cryoTune.

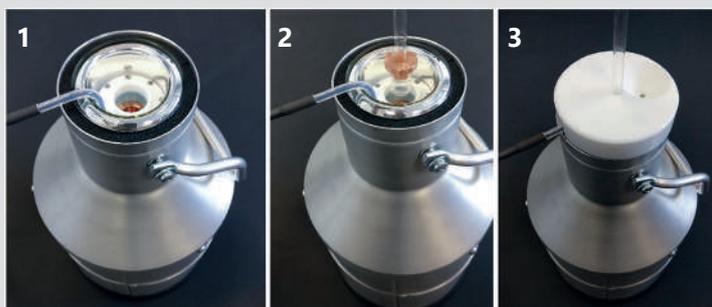


Рисунок 5 Сборка cryoTune: cryoTune внутри дьюара (1). Измерительная ячейка внутри cryoTune (2). Дьюар закрыт изолирующим кожухом (3).



Рисунок 6 Три разных газа в трёх измерительных портах: приставки cryoTune 195, 120 и 87+ анализатор 3P micro

Возможна установка до трех приставок cryoTune на один адсорбционный прибор. Вы можете устанавливать одинаковый цвет для окна управления и дисплея соответствующей приставки, для быстрого контроля за измерениями на нескольких портах. Как видно на рисунке 6, удобное расположение контроллеров сверху прибора позволяет следить за ходом процесса и значительно экономить рабочее пространство в лаборатории.

Несмотря на то, что приставка cryoTune может эксплуатироваться без управляющего компьютера, она поставляется с программой, отображающей и записывающей температуру в реальном времени, а также время, оставшееся до конца межзаливочного интервала (рисунок 7).

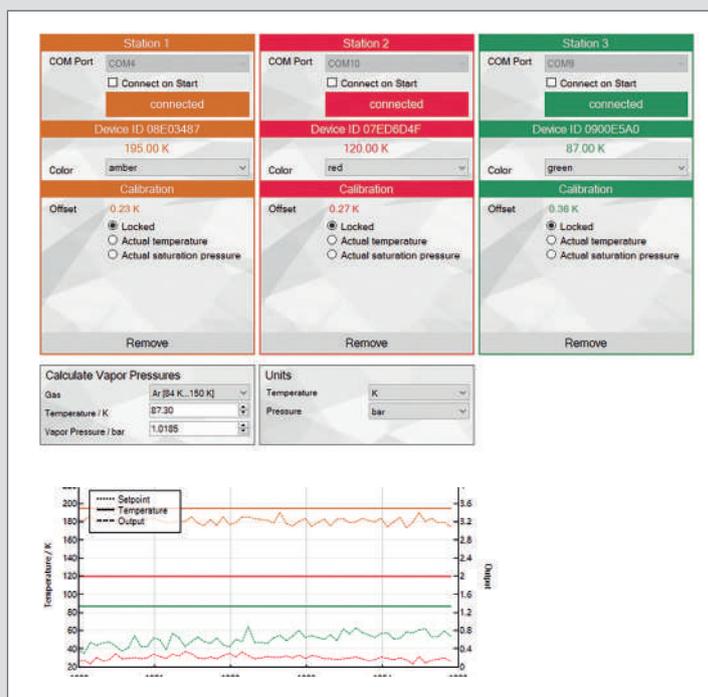


Рисунок 7 Программное обеспечение cryoTune отображает и записывает температуру в реальном времени и оставшееся время измерения с текущим уровнем заливки азота.

cryoCooler для проведения измерений ниже 77 К

Ряд адсорбтивов представляют интерес в измерениях при температурах ниже 77 К. Типичные примеры — это адсорбция при температуре кипения водорода (20 К) и неона (27 К). Приставка cryoCooler обеспечивает регулирование температуры в диапазоне температур от 20К до 320 К без использования криогенных жидкостей с технически неограниченным временем удержания заданной температуры. Приставка состоит из компрессора и блока подключения измерительных ячеек.

Одна приставка cryoCooler может охлаждать до трёх измерительных ячеек (см. рисунок 8), таким образом, на одном устройстве возможно измерять до трёх изотерм водорода или неона. Как и cryoTune, приставка cryoCooler обеспечивает прецизионные измерения, например, аргона при 87,4 К, но уже без использования жидкого криогенного охладителя (см. рисунок 9).



Рисунок 8 Одновременное охлаждение трёх измерительных ячеек

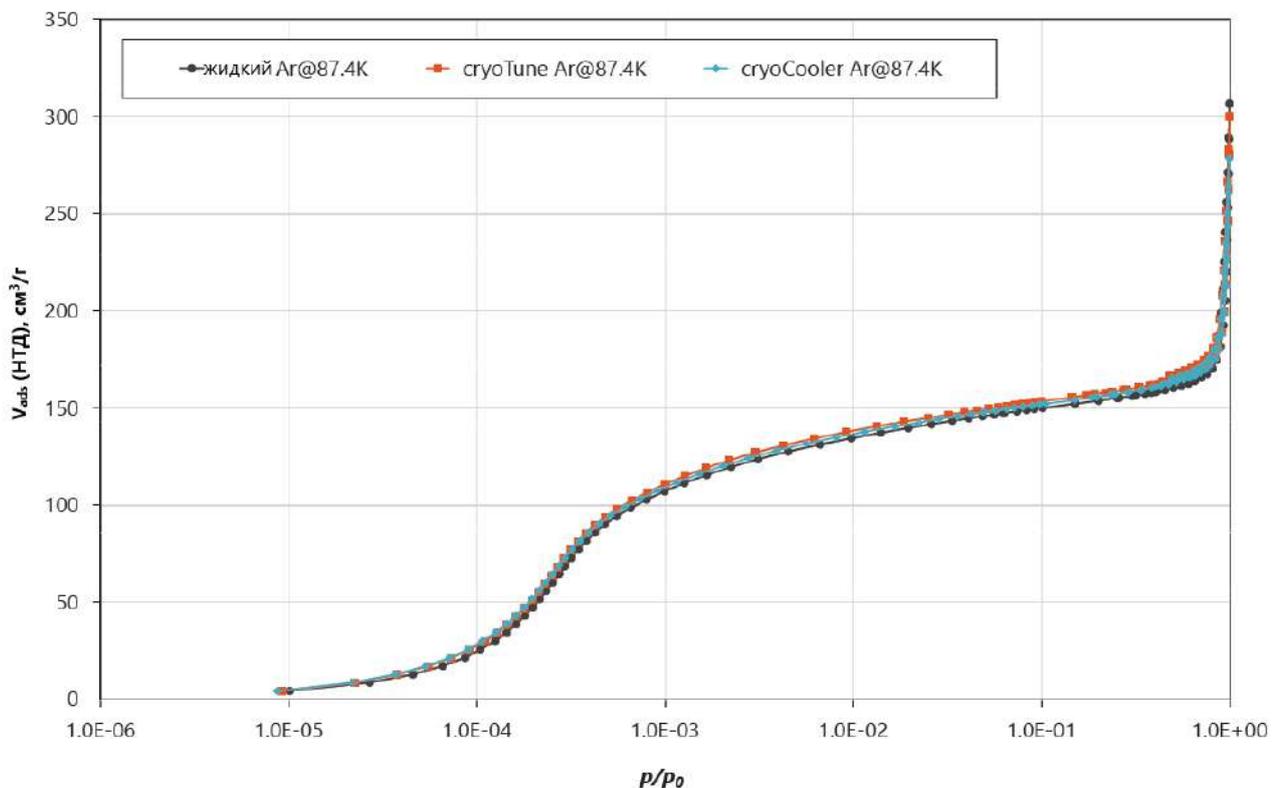
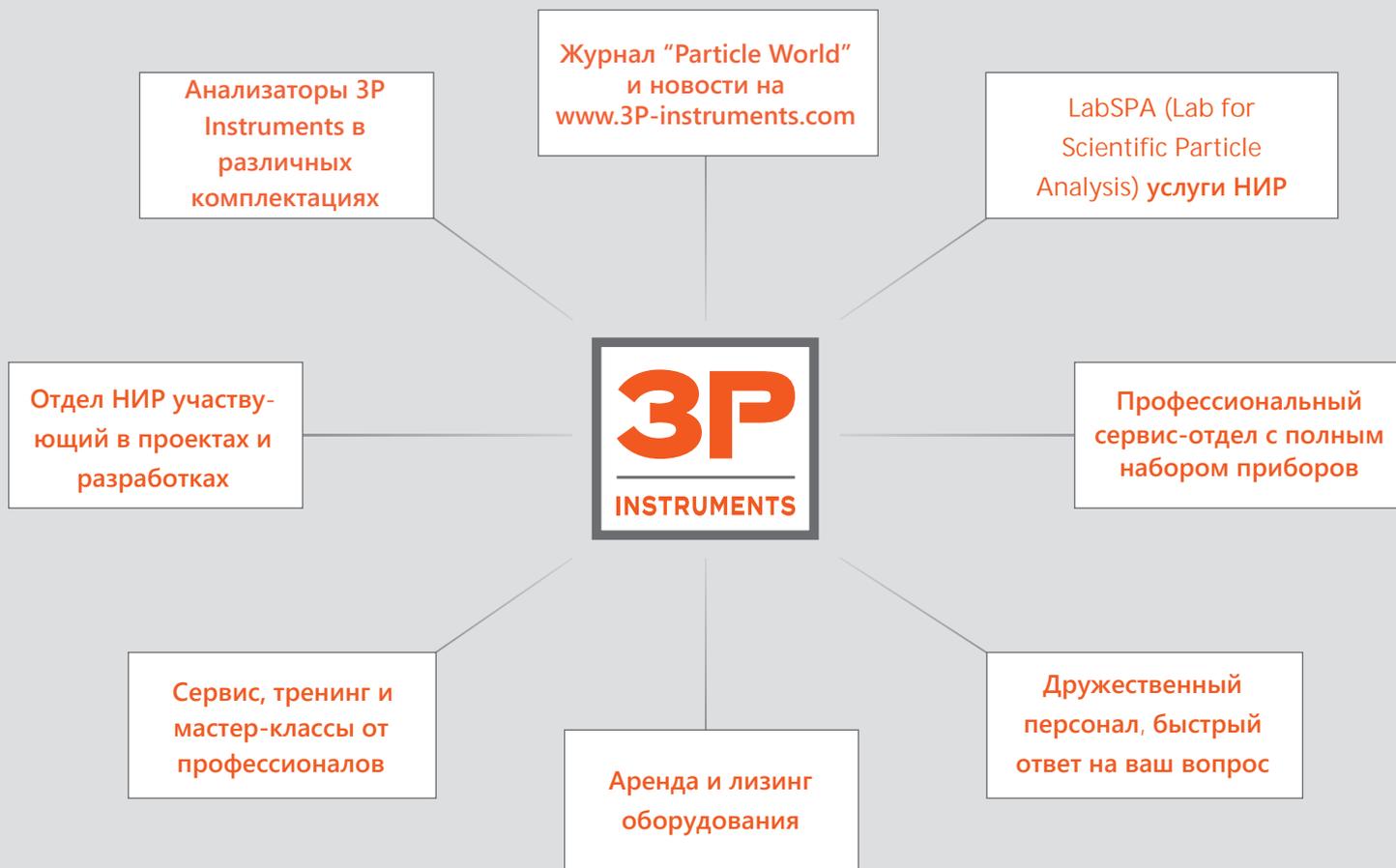


Рисунок 9 Три изотермы адсорбции аргона на цеолите 13X при 87.4 К, измеренные с использованием жидкого аргона и с помощью температурных приставок cryoTune и cryoCooler

Ваш партнёр в исследовании частиц

3P Instruments имеет тридцатилетний опыт работы в области исследования частиц, пор и порошков



Заинтересовались использованием cryoTune в научных исследованиях?

Статья "Adsorption studies of porous and nonporous materials with various adsorptives in the entire temperature range from 77 K up to 323 K" доступна для бесплатного скачивания!

