

Gemini 仪器分析低比表面积时的优化自由空间校正

Gemini 仪器的平衡测量方法可以使用氮气测量低比表面积，否则只能使用氦气。低比表面积样品置换氮气体量比自身吸附的多许多倍，尤其样品为低密度大颗粒材料。标准的内置氮气自由空间差值测量和数学补偿惯例通常可以消除 99% 的样品置换，但是少量未补偿的影响仍然显著。

在平衡管内增加可忽略表面积补偿体积，可将平衡管尺寸减小，可以精确测量吸附气体。直样品管和球底型样品管均可使用。推荐使用填充棒，但不是必须的。

1. 将适量的样品加入到样品管中。
2. 将与样品体积接近的玻璃珠加入到平衡管中。
 - a. 测定样品体积 $v=w/\rho$, w 为样品质量(g), ρ 为样品密度(g/cm^3), 如果密度未知, 参考实验室手册。
 - b. 测定与样品体积相等的玻璃珠的数量
 $N=v/0.014\text{cm}^3$ 0.014cm^3 为一个玻璃珠的体积。
3. 将样品管的样品脱气
4. 将装有脱气好的样品的样品管和玻璃珠的平衡管安装好, 可使用填充棒得到更好的结果。
5. Gemini 进行单点分析 ($P/P_0=0.05-0.1$), 快速测量自由空间, 之后再行正常分析。
6. 使用“measure free space”绝对值, 下述关系可决定增加或减少玻璃珠的质量

$$\frac{\text{free space cm}^3 \times 2.515 \text{ g/cm}^3}{3.53} = \text{mass of glass beads (g)}$$

$2.515\text{g}/\text{cm}^3$ =玻璃珠密度, 3.53 =热校正

注意: 玻璃珠的体积接近 0.014cm^3 , 如果测量的自由空间小于 0.02cm^3 , 就不需要校正自由空间。

7. 使用热水浴将平衡管升至室温, 在将平衡管取下增加或减少玻璃珠, 这样可以避免空气中的水气冷凝到冷玻璃珠上。

8. 取下平衡管

如果测量的自由空间为负值, 增加玻璃珠

如果测量的自由空间为正值, 减少玻璃珠

安装好平衡管后开始进行分析。