Autosorb 6100 物理吸附操作规程

一．仪器信息

仪器型号：Autosorb 6100

功率：1810VA（最大）

温度：15℃-35℃

相对湿度：20-80%

二． 设备日常维护及使用注意事项

2.1 设备外观清洁。

2.2 避免频繁开、关机，推荐长期开机运行。

2.3 定期检查钢瓶压力，钢瓶总压应大于5 MPa，出口压力应在0.055-0.069Mpa（约8-10Psi）左右。

2.4 由于仪器内部有气动阀，因此在仪器开机状态时要确保给气动阀提供动力的气体钢瓶或空压机保持长开状态。

2.4 每次实验不要重复上次实验的O型圈，每周检查一次密封O形圈的外观，如有污染可以用酒精清洗，如有破损、变形、裂纹则需要更换。

2.5 不要在杜瓦瓶的上方进行实验操作，防止有异物掉入杜瓦瓶；更换冷浴时，里面的原冷浴要除净，防止温度不准；倒入液氮等前，杜瓦瓶要保持干燥、清洁；在空气湿度较大时，杜瓦瓶口要有保温泡沫。

2.6 在脱气站或分析站拧紧样品管时，需要用手拧至尽量紧，以减少漏气；但同时不要过紧而损坏O形圈。

2.7 仪器所有分析站及脱气站，如果未放置样品管，必须安装仪器配置的金属堵头，不允许任何站口长时间直接连通大气。

2.8 如果实验室仪器机时允许，最好三个月可以做一次标样测试。

2.9 当分析站处于初始化状态时，由于除氦步骤会导致杜瓦下降，此为正常现象。其他除分析结束状态，杜瓦均不会下降。

2.10 在当前测试压力处于P/P_0在10^{-3}压力段之前，可以补加液氮。若当前测试相对压力已超过0.01，则不推荐补加液氮。

三．仪器操作

3.1 开机

3.1.1 开启钢瓶

开启 He 钢瓶与测试气体钢瓶（如 N_2）的主阀，确认气瓶总压力不低于 5 MPa。将减压阀压力表指针调至 0.055-0.069Mpa（约 8-10Psi）（注：氢气的为 5-6psi）。

开启为气动阀提供动力的高纯空气气体钢瓶或空压机，钢瓶减压阀出口表指针调至0.345-0.689Mpa（50-100Psi）之间，空压机出口压力在3.5-7 bar之间。

3.1.2 开启仪器

开启仪器电源。电源开关位于仪器右侧面板靠下方的位置。

3.1.3 开启软件

进入 Anton Paar Kaomi for Autosorb 软件，点击“连接”完成与仪器的连接。

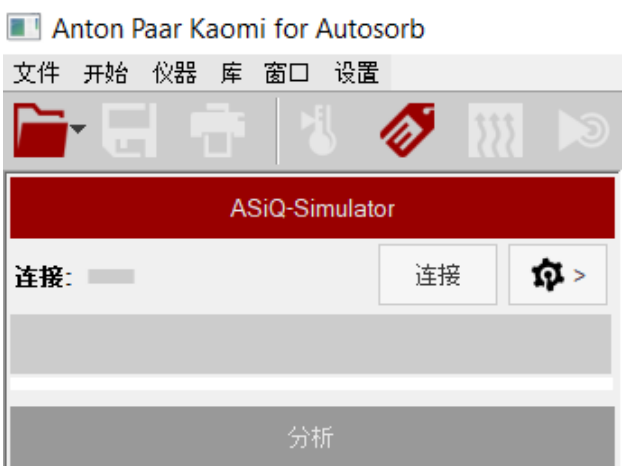

图1

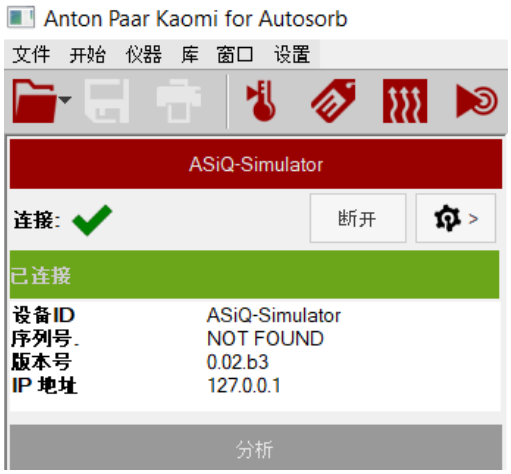

图2

3.2 样品的前处理

3.2.1 样品管称重、加样

3.2.1.1 将干净干燥的样品管对着光检查，确定管身和管口没有裂纹(以防测试过程中发生漏气现象)。

3.2.1.2 将样品管直立在分析天平的正中间，称量空管重量并记录，得m_1。

3.2.1.3 根据预估的样品比表面积计算称样量。建议：对于比表面积测试，使样品管中总面积（样品比表面积×样品质量）>2m^2；对于孔径分布测试，使样品管中总面积（样品比表面积×样品质量）>10m^2。

3.2.1.4 使用长颈漏斗将样品装入样品管内底部，样品的体积一般不超过样品管容积的2/3。取出长颈漏斗，若样品管直径内壁粘有样品，使用专用毛刷将样品管直径内壁清理干净。

3.2.1.5 使用分析天平称量样品管与样品的总质量，得m_2。

3.2.2 样品脱气

3.2.2.1 向脱气站冷阱杜瓦瓶中添加液氮至约总容积的4/5处，并小心将其悬挂在正中的挂钩处。

3.2.2.2 把样品管安装在脱气站上，脱气时不加填充棒。

1. 将脱气站的大螺纹套、适配器、密封圈及死堵按顺序旋转取下，检查密封圈是否需要更换。随后再按照同样的顺序依次套入样品管顶端，并握住样品管顶端，小心将样品管插入需要使用的脱气站内。
2. 旋紧螺纹套，此时样品管被安装于脱气站上。
3. 将样品管轻放在加热包内，同时轻轻收紧加热包口。将加热包挂于脱气站挂钩上。

3.2.2.3 如下图3所示，有2种方式可以进入脱气设置界面，菜单栏的快捷方式（方式1）和菜单栏的开始 >>脱气站（方式2），选择任意一种即可。

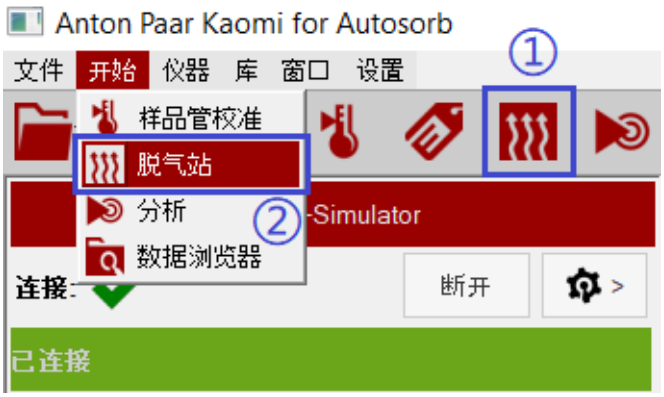

图 3

出现如图4的对话框。激活需要使用的脱气站。激活后出现图5所示界面。

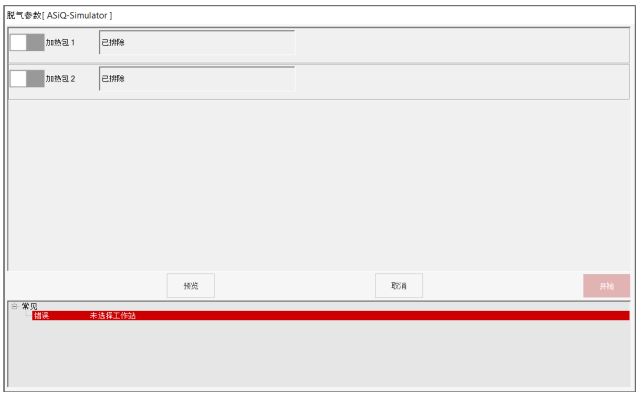

图4

图5

点击模板右侧的 按钮，弹出脱气参数模板设置界面（图6），软件内置了部分标准样品的脱气模板，可以按需选择使用，也可以通过点击“新建”按钮新建一个脱气模板。

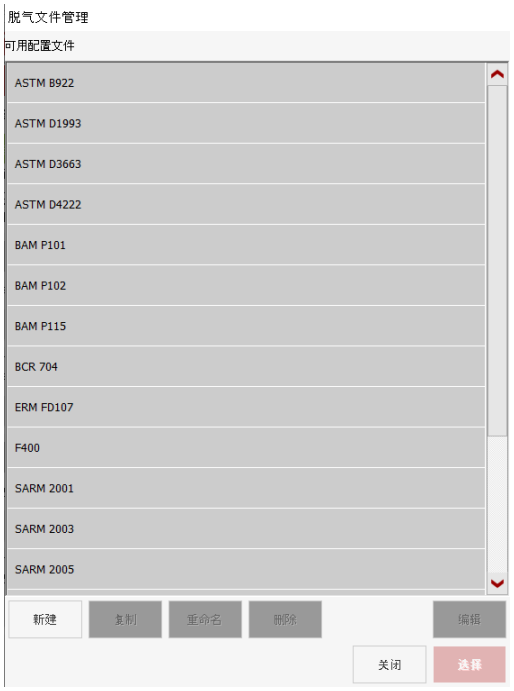

图6

图7

新建脱气模板方法：

点击“新建”按钮后，弹出“输入新的模板名称”界面（图7），输入模板名称后点击“确定”。在弹出的脱气模板编辑界面（图8）中点击“添加”出现图9菜单，可以设置目标温度、升温速度、恒温时间的数值，点击“确定”，回到图8界面再次点击“确定”。回到图6界面，选中需要使用的脱气模板，点击右下角的“选择”按钮。

图8

图9

点击后返回到图5， 按照实际使用的脱气端口，点击对应端口的 图标。通过“新建”按钮新建一个样品的脱气文件（图10）。输入样品 ID、选择使用的样品管类型、输入空管质量m_1和空管加样品的总质量m_2。点

击“保存”。选中需要使用的样品脱气文件，点击“选择”。回到图5后，点击右下角的“开始”，开始进行脱气。

图 10

图11

3.2.2.4 如果脱气过程中需要中止程序，有2种方式，如图11所示：在脱气状态栏中选中对应的脱气站点击“卸载”（方式1）和菜单栏的仪器 >>卸载脱气站>>选择需要中止的脱气站（方式2），选择任意一种即可。

3.3 样品测试

3.3.1 安装样品

3.3.1.1 脱气结束后，将样品管从脱气站取下，称重m_3。

3.3.1.2 如果需要加填充棒，向样品管中加入填充棒，将样品管安装在分析站上。

3.3.1.3 如实验需要P_0管，检查P_0管是否安装。对于实现测试温度的液体为液氮、液氩时，需要安装对应探头（RTD）。

3.3.1.4 向杜瓦瓶中加入冷凝液（如需液氮加液氮），并放置在分析站下方的电梯上。

3.3.2 设置测试参数

以下以测试 77 K 下氮气的吸附测试为例：有 2 种方式可以进入分析设置界面，菜单栏的快捷方式（方式 1）和菜单栏的开始>>分析（方式 2），选择任意一种即可。

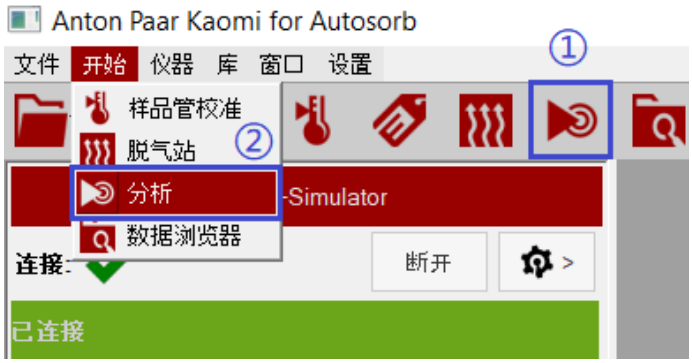

图 12

3.3.2.1 出现如图 13 的对话框。激活需要使用的分析站。激活后出现图 14 所示界面。

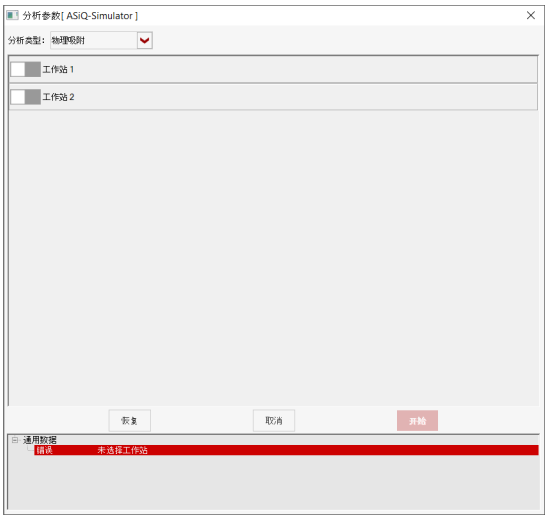

图 13

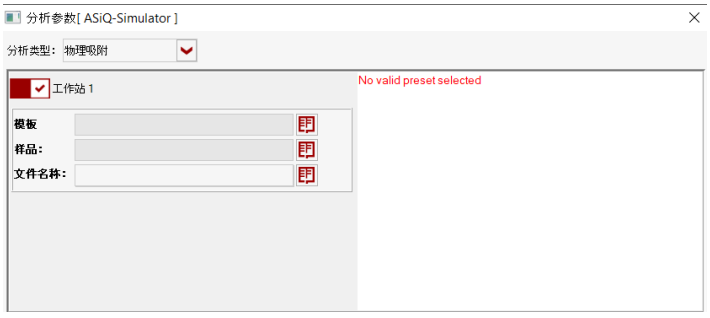

图14

点击模板右侧的 图标，选中需要使用的分析模板，点击“选择”。点击样品右侧的 图标，选择在脱气时创建的脱气文件，点击“编辑”，输入脱气后的空管加样品总质量m_3，点击“保存”。点击“选择”，返回到图14界面，分析文件名称可以手动输入，也可通过点击文件名称右侧的 图标，选择自动命名模板。

按照实际需求，依次设置所有分析站的分析参数。

3.3.2.2 常用分析参数设定，以下以测试77 K下氮气的吸附测试为例：

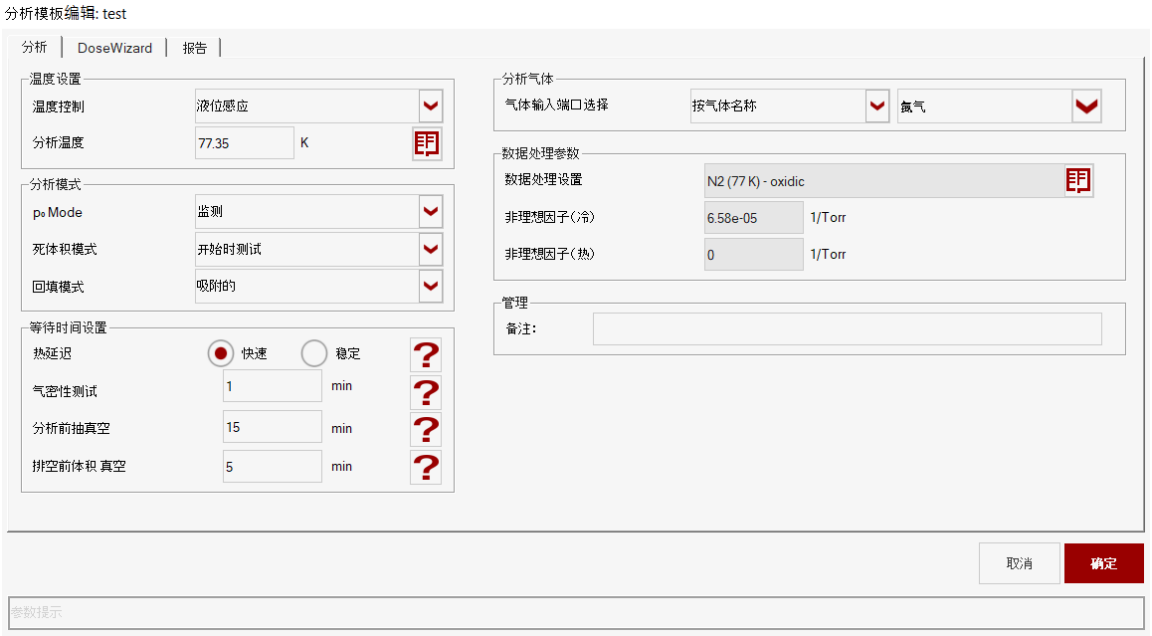

图15

（1）温度设置中，温度控制设置为液位感应，需要装好液位探头。输入对应的分析温度。

（2）分析模式设置中，P_0模式如果选择监测，需要添加P_0管，若选择用户输入，此时P_0的设定值视此温度下该气体的饱和蒸气压而定，最大值不要超过1100 torr。死体积模式可设置为开始时测试。回填模式可按需求设置为He或吸附质气体。

（3）分析气体设置中，气体输入端口选择可按气体名称或按端口号选中对应分析气体。

（4）数据处理设置中，选中对应气体数据文件，可按默认值设置。

（5）等待时间设置中，一般情况下，热延迟可选择快速，气密性测试可设置为1 min，分析前抽真空可设置为15min，排空前体积真空可设置为5min。

（6）点击DoseWizard标签，按需输入对应的压力点和平衡条件参数，对于N_2, 77K的微孔测试，可以使用添加$P/P_0=10^{-7}$的点作为测试起始点。P/P_0小于0.1的点可以多一些，如设置20~30个点；大于0.1的点可以少一点，例如按照P/P_0每增加0.05设置一个点；最高压力设置到0.99。平衡参数条件可参照相关模板。设置完成后点击“确定”。

3.3.3 开始测试

全部设置完成后，点击图14右下角的“开始”，开始进行分析。

3.4 关机

仪器超过一周没有样品分析时需要关机。关机时先退出软件，关闭电脑电源。关闭仪器电源，最后关闭钢瓶总阀门。