

比表面及孔径分析仪 Autosorb-iQ 仪器操作规程

文件编号：003

修订日期：2014.11.10

一. 开机

1.1 开启钢瓶

开启 He 钢瓶与测试气体钢瓶（如 N₂）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 0.08Mpa（约 10Psi，图 1）。

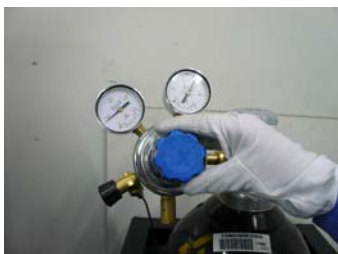


图 1



图 2

1.2 开启仪器

开启仪器电源（同时扳上两个并排的开关，图 2），等待约两分钟时间，确认仪器内部自检结束（阀切换的声音停止），放置杜瓦瓶的电梯降至最低处。

1.3 开启计算机。

进入 ASiQWin 软件，点击 connect（图 3）完成与仪器的连接（图 4）。

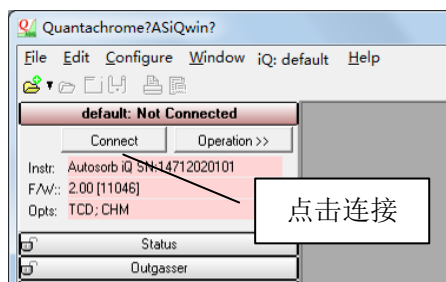


图 3

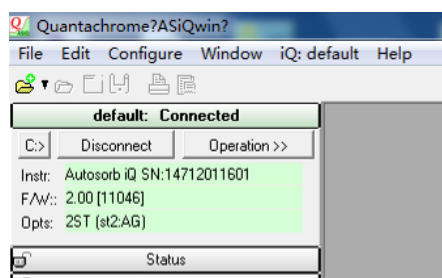


图 4

二. 样品前处理

2.1 样品管称重、加样。

- 1) 检查待用的样品管，确定没有裂纹。将样品管和填充棒超声清洗约 2~3 分钟后用烘箱烘干。
- 2) 称量空管重量（不含填充棒）。
- 3) 使用漏斗将样品倒入样品管内底部。

2.4 样品脱气

- 1) 向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
- 2) 把样品管安装在脱气站上（例如左侧的脱气站，即 St 1）。脱气时不加填充棒。
- 3) 将样品管安装在加热包内，如果使用直形样品管需要使用夹子夹紧；球形样品管则不需要使用夹子^{注一}。
- 4) 点击菜单栏的 iQ:default>>Outgasser>>St 1>>Edit Program（图 5）。

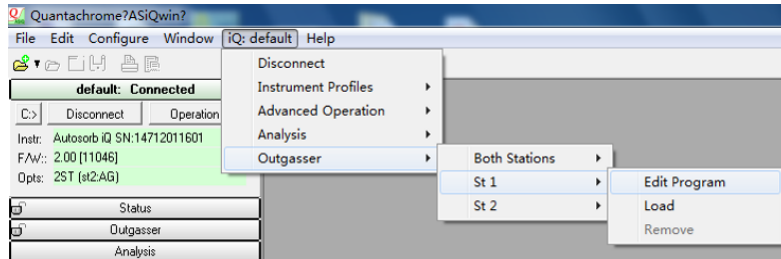


图 5

出现如图 6 的对话框。

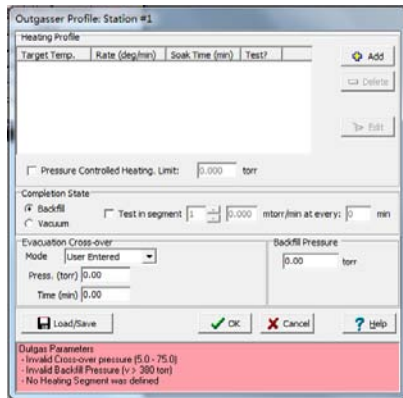


图 6



图 7

点击 Add 出现以下菜单，可以设置目标温度(Target Temp)、升温速度(Rate)、恒温时间(Soak Time)的数值，重复此步骤可以设置具有多个温度段的前处理条件（图 7）。

- 5) Cross-over 的设置要根据样品颗粒大小来设置。如果不清楚，可统一设为“Fine Powder”。“Completion state”设为“Backfill”，“Backfill Pressure”设为“770 torr”。点击“OK”保存测试条件。
- 6) 重复步骤 1)至 4)，可以在 St2 安装另一个样品并设置相应的脱气条件。
- 7) 设置两脱气站同时脱气时，点击 iQ:default>>Outgasser>>Both Stations>>Load All(图 8)；设置单一脱气站脱气时，点击 iQ:default>>Outgasser>>St 1/St 2>> Load。在弹出的对话框中选择“Do not save outgas”，并点选“√”，开始脱气（图 9）。

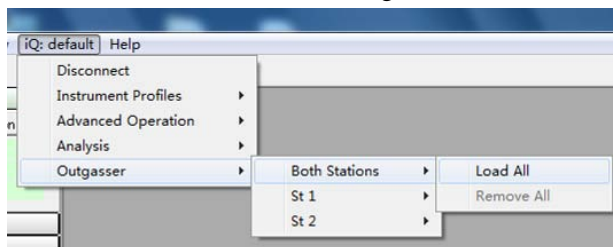


图 8

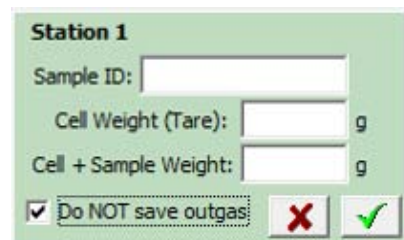


图 9

- 8) 如果要脱气过程中中止程序，点击 iQ:default>>Outgasser>>St 1/St 2>>Remove。

三. 样品测试

3.1 安装样品

- 1) 脱气结束后，将样品管从脱气站取下，称重。样品管总重量减去空管重量即得到脱气后

的样品重量，将该质量记录。

- 2) 向样品管中加入填充棒^{注三}，将样品管安装在分析站上^{注三}。
- 3) N₂,77K 的吸附测试需要安装 P₀ 管。对于实现测试温度的液体为液氮、液氩和水（包括冰水混合物）时，需要安装对应的探头（RTD）。
- 4) 向杜瓦瓶中加入液氮，并放置在分析站下方的电梯上。

3.2 设置测试参数

接下来以测试 77 K 下氮气的吸附测试为例：点击 iQ:>>Analysis>> Edit Parameters，出现以下窗口：

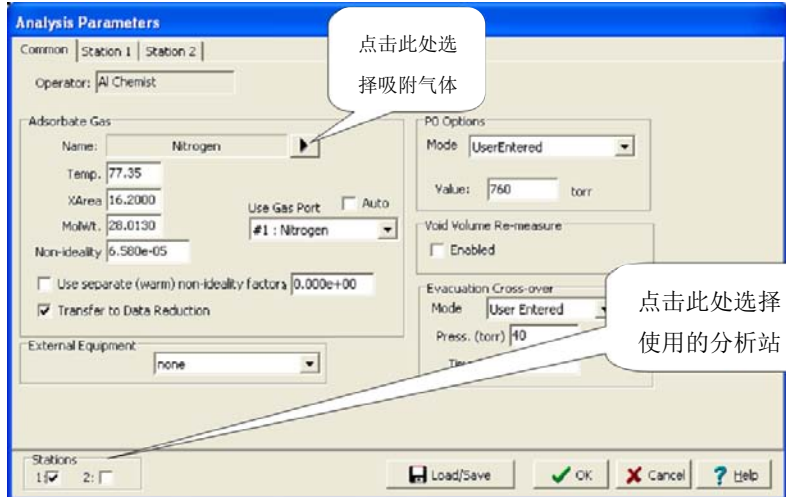


图 10

- 1) 吸附质参数设置按照默认值设定。

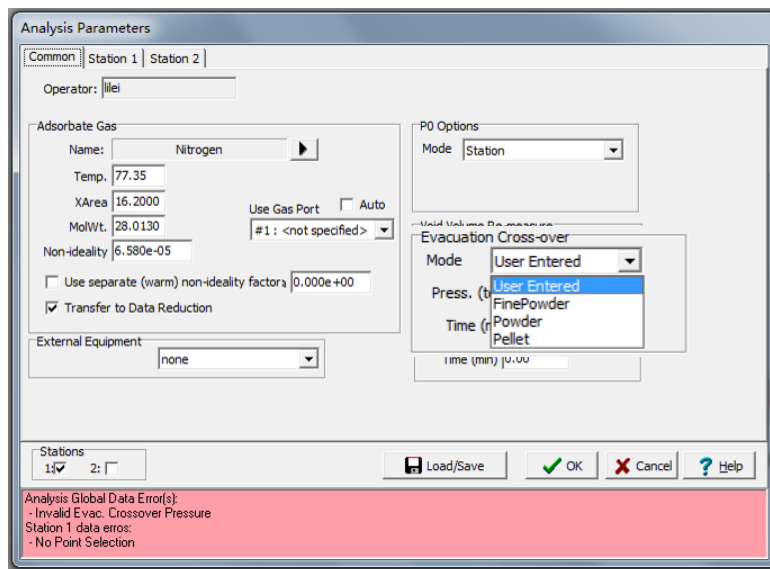


图 11

- 2) N₂,77K 的测试条件时 P₀ option 选择 Station。（其他测试 P₀ 值选择 User Entered。此时 P₀ 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 760 torr）
- 3) Cross-over 设置根据样品性状可选择默认或自行设置（User Entered）。可以统一设为“FinePowder”（图 11）。
- 4) 点击 Station 1，点击 Admin 标签，填写样品名称。选择测试模式（Analysis Mode），通

常使用“Standard”。

- 5) 点击 Analysis 标签, Voind Volume Mode 选择 He Measure (图 12)。Advanced Options 中 Cell Type 根据所选样品管口径及有没有使用填充棒选择相应设置(w/o rod 意为不使用填充棒)(图 13)。Leak Test 可设置为 1 min。

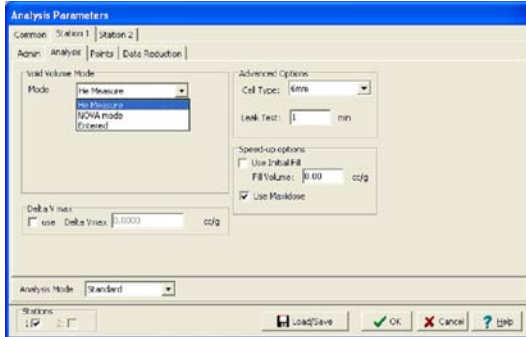


图 12

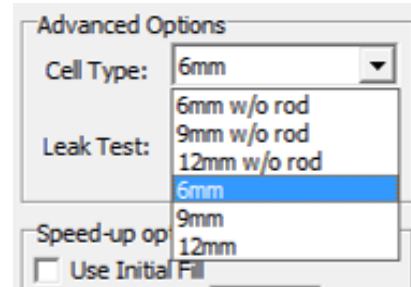


图 13

- 7) 设定测试的压力点(图 14)。按照图 14 文本框里的方法可设置 Station1 与 Station2 的测试条件, 以同时进行两个样品测试。

N_2 , 77K 的微孔测试, 可以使用 Add point 添加 $P/P_0=10^{-7}$ 的点做为测试起始点。 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 0.995。Tol (平衡条件) 设为 0。Equ (平衡时间) 设为 2~8, 低压力的点可以设置的较大。

对于已经建立的条件, 可以选择 Common>>load/save>> Save Preset, 并设置一个独立文件名。以后按照同样条件测试时可以在 Common>>load/save>> Load Preset 中调用该方法(图 15)。

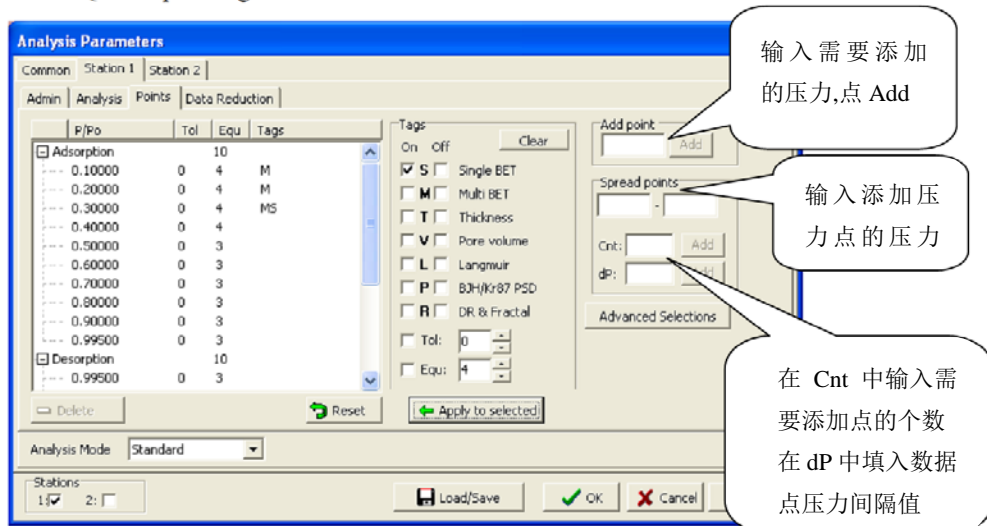


图 14

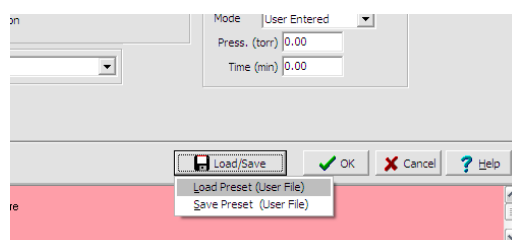


图 15

设置完成后点击 OK。

3.3 开始测试

点击 Start Analysis 开始测试（图 16），出现以下菜单（图 17）：

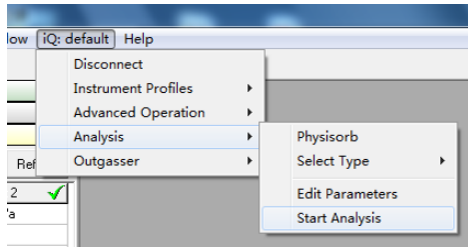


图 16

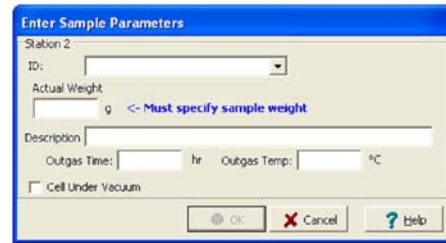


图 17

- 1) 填写样品 ID、样品质量、样品描述、脱气条件(双站同时测试时会同时出现 Station 1 和 Station 2)。
- 2) Cell Under Vacuum 通常不选。
- 3) 点击 OK 开始测试。
- 4) 如果需要中途中止测试，则在 Status 中在相应 St 位置处点击右键，在弹出菜单中选择 Abort（图 18）。

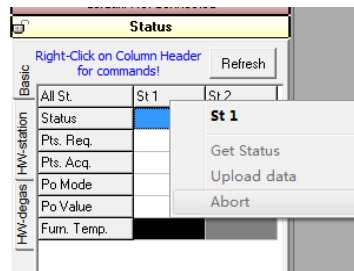


图 18

四. 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。

需要特别注意：如仪器关机时间超过一个月，则至少每隔一个月需要开机并保持仪器运转至少 24 小时。开机顺序同第一部分。

五. 设备日常维护和使用中应注意事项

- 1) 设备外观清洁
- 2) 避免频繁开、关机，推荐长期开机运行。
- 3) 每月初检查一次真空泵油，如颜色明显变深或油明显混浊需要更换新油。
- 4) 定期检查钢瓶压力，钢瓶总压应大于 5 MPa，出口压力应在 0.08 MPa 左右。
- 5) 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。
- 6) 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，蓝色盖子要盖紧，防止杜瓦瓶口结冰。

- 7) 测试选择探头只与所用冷浴有关，液氮使用液氮探头。水或冰水浴测试时使用水吸附探头，使用液氩浴时使用液氩探头。

注释

注一：使用球形样品管套入加热包时，需把加热包充分撑开再后再将样品管的球形部分套入，以保护加热包的加热组件。

注二：使用填充棒可以减少样品管内的死体积，提高测试精度。

注三：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。