

设备操作及维护规程

## 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 №)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 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)。



## 二. 样品前处理

## 2.1 样品管称重、加样。

- 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。
- 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<sup>造一</sup>。
- 4) 点击菜单栏的 iQ:default>>Outgasser>>St 1>>Edit Program (图 5)。



왺 Qı	antachrome?ASiQwin?				_		
File	Edit Configure Window	iQ: de	fault Help				
🗳 🕫 CiH 🗛 🖪		Disconnect					
	default: Connected	In	Instrument Profiles				
C:>	Disconnect Operation	Advanced Operation		n ≯			
Instr:	Autosorb iQ SN:14712011601	Analysis		•			
F/W:	2.00 [11046]	Outgasser		•	Both Stations	•	
Opts:	2ST (st2:AG)	_			St 1	•	Edit Program
🗊 Status					St 2	►	Load
đ	Dutgasser						Remove
	Analusis						

囱	15
13	ຸປ

## 出现如图6的对话框。

Outgasser Profile: Station #1	
Heating Profile	
Target Temp. Rate (deg/mm) Soak Time (min) Test?	
Evision (Zoss over         Baddtli Pressure           Mode         User Entered         •           Press. (terr) (0.00         Time (min) (0.00         terr	Target Temp (°C) 0.00
Load/Save CK Cancel ? Help	Rate (deg/min) 0.00
Dulgas Parantetes - Invald Dascher Pressure (5.0 - 75.0) - Invald Backlit Pressure (v. > 300 ton) - No Healing Segment was defined	Soak Time (min) 0
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)。

- 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)。

iQ: default Help					Station 1	
Disconnect Instrument Profiles	-		_		Sample ID:	
Advanced Operation Analysis	· ·				Cell Weight (Tare):	9
Outgasser	•	Both Stations	•	Load All	Cell + Sample Weight:	g
		St 1 St 2		Remove All	Do NOT save outgas	
		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



#### 设备操作及维护规程

的样品重量,将该质量记录。

- 2) 向样品管中加入填充棒<sup>注二</sup>,将样品管安装在分析站上<sup>注三</sup>。
- 3) N<sub>2</sub>,77K 的吸附测试需要安装 P<sub>0</sub> 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

Autosorb iQ

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:

Analysis Parameters Common   Station 1   Station 2   点记 Operator: Al Chemist 择项	<b>告此处选</b> 及附气体				
Adsorbate Gas Name: Ntrogen Temp. 77.35 XArea 16.2000 MoWA: 20.0130 Non-ideality 6.580e-05	P0 Options Mode UserEntered Value: 760 torr Void Volume Re-measure Enobled				
Use separate (warm) non-ideality factors 0.000e+00  Transfer to Data Reduction  External Equipment  none  I	Evacuation Gross-over Mode User Entered Press. (torr) 10 Dev Entered 使用的分析站				
Stations 117 2: T Load/Save VK X Cancel ? Help					

- 图 10
- 1) 吸附质参数设置按照默认值设定。

Analysis Parameters	
Common       Station 1       Station 2         Operator:       Illel         Adsorbate Gas       Name:       Nitrogen         Temp.       77.35       Use Gas Port       Auto         MolWt.       28.0130       #1: <not specified=""> ▼         Non-ideality       6.580e-05       ✓       0.000e+00         ✓       Transfer to Data Reduction       External Equipment       none</not>	P0 Options Mode Station Evacuation Cross-over Mode User Entered Press. (the Station Press) Press. (the Station Press) Press (the Station Press) Pre
Stations 17 2: Analysis Global Data Error(s): - Invalid Evac. Crossover Pressure Station 1 data erros: - No Point Selection	E Load/Save OK K Cancel ? Help

图 11

- N<sub>2</sub>,77K 的测试条件时 P<sub>0</sub> option 选择 Station。(其他测试 P<sub>0</sub> 值选择 User Entered。此时 P<sub>0</sub> 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。

Analysis Parameters		
Common Station 1 Station 2		
Admin Analysis   Points   Date Reduction		
Void Volume Mode Advenced Options Plade re-Measure  Cell Type: 6mm	Advanced	Options
NOVA mode DVA mode Extend	Cell Type:	: 6mm 💌
Deta V nex         20000         colg           F use:         Deta V nex         colg	Leak Test	6mm w/o rod 9mm w/o rod 12mm w/o rod 6mm
Analysis Mode 🛛 Randard 💽	Speed-up	op 9mm 12mm
Sectors IP 2 Cad/Save	CK X CHICH ? HHD	tial Fill
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<sub>2</sub>,77K 的微孔测试,可以使用 Add point 添加 P/P<sub>0</sub>=10<sup>-7</sup> 的点做为测试起始点。P/P<sub>0</sub>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<sub>0</sub>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)。





设备操作及维护规程

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):

ow (O: default) Help	_		Enter Sample Parameters
Disconnect Instrument Profile	is •		Station 2 ID: Actual Weight 0 <- Must specify sample weight
Analysis Ref Outgasser	Physi     Selec	sorb t Type →	Description Outgas Time: hr Outgas Temp: °C Cell Under Vacuum
'a	Start	Analysis	I GK X Cancel ? Heb
	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。
- 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



设备操作及维护规程

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。

 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。