mi micromeritics[•]

Tristar 物理吸附仪操作手册

1. Tristar 物理吸附仪操作指导

2. Tristar 物理吸附仪保养指导

Tristar 物理吸附仪操作指导

- 1. 定义样品文件中的默认值;
- 2. 定义分析参数文件;
- 3. 建立待分析样品的样品分析文件;
- 4. 分析前的准备
- 5. 样品分析;
- 6. 打印文件内容;
- 7. 输出分析结果列表文件
- 8. 输出等温吸附和脱附线数据;
- 9. 产生分析结果的重叠曲线;

1. 定义样品文件中的默认值

首先定义待分析样品文件中的默认值,可以采用基本模式 Basic 或高级模式 Advanced。这样在今后编制样品文件时,可以更多采用 默认值,从而节省编制文件时间。在定义默认值时,更多采用应用频 次高的分析参数,样品材料,和压力表。Tristar 操作软件会自动生成 样品信息文件名称,以及采用默认值的文件。

基本模式 Basic:

按照以下步骤和路径,建立基本模式的样品文件默认值。

1) 从 Options 菜单中,选择 Sample Defaults。

将出现基本样品信息编辑窗口。

- 在 Sequence 栏目内,定义默认文件名字串,包含的数字部分会自动递增,并出现在 File name 文件名字栏目,当你在编辑文件时选择 File---Open---Sample information,就会看到。你最多可以使用 8 个字符串。
- 在 Sample 栏目的右边栏目内,输入样品标识格式。当包含符号\$
 时,文件数字会出现在标识内,你最多可以使用 42 个字符串。

 4) 在质量 Mass 栏目输入默认值,或输入一个近似重量即可,更精确 的重量可以稍候输入。

5) 在密度 Density 栏目输入分析材料的密度它用来计算自由空间。

Seguence: 00	D-000			
Sample:				
<u>M</u> ass:	0.00 g <u>D</u> ensity:	0.00 g/cm ³		
Sample <u>t</u> ube:	Sample Tube	-		
Degas conditions:	Degas Conditions			
Analysis conditions:	Run Conditions Nitrogen @ 77.35 K			
Adsorptive properties:				
Report options:	Report Options	•		
	Replace All	Add Log E <u>n</u> try		

6) 对应各项分析参数选项,点击右边向下箭头,选择默认的参数文件:

- . 样品管;
- . 脱气条件;
- . 分析条件;
- . 吸附特性;
- . 报告内容选项。
- 7) 点击保存 Save, 后关闭 Close。

高级模式 Advanced

在选择 Options 菜单中,点击选择表述方式 Option

Presentation,激活 Advanced 高级模式。

高级样品默认值对话窗口,类似一组索引卡片。你可以点击卡片 文字,翻到相应卡片,或点击 Next >> 和 < < Prev 键,实现同样功 能。

在样品文件的相应参数部分(样品管,脱气条件,分析条件,吸附特性和报告内容选项),定义默认值,被保存为新建文件的默认值。

例如:当以高级模式 Advanced 定义默认值后,

. 选择 File 文件菜单,打开 Open,样品信息文件 Sample Information, 点击 Yes ,建立新文件,定义的默认值将出现在所有参数栏目中。

. 选择 File 文件菜单,打开 Open,分析条件 Analysis Conditions,点 击 Yes,,建立新的分析条件文件,定义的默认值将出现在所有参数 栏目中。

1)从选择 Options 菜单中,选择样品定义 Sample Defaults,将出现高级样品定义窗口。

2)在 Sequence 栏目内,定义默认文件名字串,包含的数字部分会自动递增,并出现在 File name 文件名字栏目,当你在编辑文件时选择 File---Open---Sample information,就会看到。你最多可以使用 8 个字 符串。

3) 在 Sample 栏目的右边栏目内,输入样品标识格式。当包含符号\$ 时,文件数字会出现在标识内,你最多可以使用 42 个字符串。

4) 编辑操作者 Operator 和递送者 Submitter 名字, 也可选择 Omit,

忽略它们。

5) 在质量 Mass 和 Dendity 栏目输入默认值,或输入一个近似重量或 密度即可,更精确的重量和密度可以在分析时输入。

🗂 Sample Defaults						_ 🗆 ×
<pre>Sample Sample Samp</pre>	ample Tube (Degas Conditions	Analysis Conditions	Adsorptive Properties	Report Options	Next ≥>
Seguence Number 000-	00 0					
Sample:	\$			_		
Operator:				□ Omit		
Submitter:				C Omit		
Bar Code:				— — Omit		
<u>Mass:</u> 1.0000 g	Type of Autor	Data natically col ially entered	lecte <u>d</u>	User Parame Parameter 1 Parameter 2	ters 0.000	∏ Omit ∏ Omit
Company			2)	Parameter 3	0.000	🗍 🗌 Omit
Comm <u>ents:</u>				Add Log Entry		
				Replace All		
[
<u>S</u> ave		2	lose		Basic	

6)选择是否自动采集数据还是手动输入。这一选择也可在分析时被 改变。

7)如果你计划生成统计过程报告(SPC),用户可以定义参数进行比较。

8) 点击分析条件 Analysis Conditions 标签, 定义适合你绝大多数样品的分析条件, 点击保存 Save。

没有必要在每一个栏目都点击保存 Save ,在任何一个窗口点击保存,所有定义值将被全部保存。

9)点击脱气条件 Degas Conditions 标签,定义适合样品脱气准备条件, 点击保存 Save。

10) 点击吸附特性 Adsorptive properties 标签, 定义气体特性, 点击保存 Save。

11)点击报告内容选择 Report Options 标签, 选择希望的报告,利用 Edit 编辑报告内容,点击保存 Save。

12)点击 Close,关闭对话窗口。

2. 定义分析参数文件

下列类型文件是样品信息文件的组成部分,同时也是独立的参数文件,可以被反复使用:

样品管;

脱气条件;

分析条件;

吸附特性;

报告内容选项

在 Tristar 文件根目录内,预先保存了一些参数文件,虽然它们很 接近你的应用要求,你也可以独立建立新的参数文件。或者你可以用 于现保存的文件作为起点,你只需选择替代 Replace 即可,在新出现 的窗口里选择文件,确认后样品信息文件内参数被替代,你也可以重 新进行简单的编辑。当你新编辑的参数文件,要保存 Parameter Files 根目录下。

<u>样品管</u>

样品管文件用于计算自由空间,需要用空的样品管进行分析,从 获得空管文件当中建立样品管文件。

- 在文件菜单内选择打开 Open, 样品管 Sample Tube, 将出现样品 管文件窗口。
- 2) 在文件名栏目 File name 内输入名字,点击 OK。
- 3) 点击 Yes 产生文件,出现样品管对话窗口。
- 在描述 Description 栏目内输入描述,把样品管进行标示,便于识别。
- 5) 点击 Load from Sample File, 出现样品信息文件对话窗口。
- 6)选择所使用的样品管,得对应空管文件。点击OK,把冷热自由空间体积,口体积,非理想因子等输入相应的栏目中。

Blank Tube Properties (for calculated free space	:)	1	□ Use isothermal jac <u>k</u> et □ Use filler rod
Warm free space: Cold free space: Port volume: Non-ideality factor:	1.0000 1.0000 0.0000 0.0000620	cm³ cm³ cm³	Vacuum seal type: O Non <u>e</u> O Seal Frit O TranSeal
Load From Sam	ole File		

- 7) 选择空管测试中是否使用了填充棒或保温套管。
- 8) 是否使用了真空密封塞,或没有用。
- 9) 点击保存 Save, 然后关闭 Close。

脱气条件

脱气条件文件包含进行样品准备的脱气条件信息,这些文件只适 合采用自动脱气控制的系统。按下列步骤建立脱气条件文件:

- 在文件菜单内选择打开 Open, 脱气条件 Degas Conditions, 将出现 脱气条件文件窗口。
- 2) 在文件名栏目 File name 内输入名字,点击 OK。
- 3) 点击 Yes 产生文件,出现脱气条件对话窗口。
- 4) 在描述 Description 栏目内输入描述,要简洁便于识别。
- 5) 输入样品预处理的抽真空时间和加热速率,加热温度。
- 6) 点击保存 Save, 然后关闭 Close。



分析条件

在分析条件文件内,包含分析压力表等参数,用于指导仪器完成对样品的自动分析。一个分析条件文件用唯一名称,相似样品可以 采用已经建立的分析参数文件。

- 1) 在文件菜单内选择打开 Open, 分析条件 Analysis Conditions, 将出现分析条件文件窗口。
- 2) 在文件名栏目 File name 内输入名字,点击 OK。
- 3) 点击 Yes 产生文件,出现分析条件对话窗口。

	- Isotherm Collection			
	• <u>I</u> arget Pressures	Pressures	Options	
	C Dose Increments	Options		Absolute pressure dosing
Prenarat	ion Free Space	n* and T	Equilibration	Backfill
<u>r</u> ieparat	Ion	p and r		<u>Back</u> riii

- 4) 在描述 Description 栏目内输入描述,最多可达 42 个字符,要简 洁便于识别。
- 5) 建立压力表,可以采用右边功能键,编辑,添加和删除压力点。
- 6) 点击以下功能键,编辑相关的分析条件。

Preparation

Free space

P0 and T

Equilibration

Backfill

7) 点击保存 Save, 然后关闭 Close。

<u>吸附特性</u>

吸附特性文件定义了用于系统的吸附气体的特性,及物理常数。

- 1) 在文件菜单内选择打开 Open, 吸附特性 Adsorptive properties, 将 出现吸附特性文件窗口。
- 2) 在文件名栏目 File name 内输入名字,点击 OK。
- 3) 点击 Yes 产生文件,出现出现吸附特性对话窗口。
- 4) 在吸附质 Adsorptive 栏目输入吸附气体名字,及分子式。
- 5) 点击 Psat vs T, 编辑饱和压力与温度表格, 点击 OK。
- 6) 选择非冷凝吸附气体选项,该选项适合非冷凝气体。
- 7) 输入以下信息。Maximum manifold pressure, Non-ideality factor,
 Density conversion factor, Molecular cross-sectional area。
- 8) 选择合适的进气方式, From Psat tube 适合氪气分析, Normal 是 和其他类型的气体。
- 9) 点 击 保 存 Save , 然 后 关 闭 Close 。

A <u>d</u> sorptive:	Nitroge	en @ 77.35 K	c		Replace
<u>M</u> nemonic:	N2				<u>P</u> sat vs T
Non-conde	ensing /	Adsorptive			
Ma <u>x</u> imum ma	nifold p	ressure:	139.9	988 kPa	Dosing Method
Non-ideality	factor:		0.0000	620	• Normal
Densitu conv	ereion	factor	0.0015/	831	From Psat tube
TL .	L. J		0.0013	100 t	
<u>I</u> nerm. tran.	nard-sp	nere diamete	er: 3.0	860 A	31A
Molec <u>u</u> lar cr	oss-sec	tional area:	0.1	162 nm²	
Psat	<u>s</u> vs Tei	ave mperature T	able for Nitrog	en @ 77.35	Close
Psat	<u>s</u> vs Te	ave mperature T Saturation Pressure	able for Nitrog	en @ 77.35	<u>Close</u>
Psat	vs Ter	ave mperature T Saturation Pressure (kPa)	able for Nitrog Temperature (K) 75 400	en @ 77.35	<u>Close</u>
Psat	<u>s</u> vs Tel	ave mperature T Saturation Pressure (kPa) 80,0192 84,5947	able for Nitrog Temperature (K) 75.400 75.850	en @ 77.35	<u>Close</u>
Psat	vs Te	ave mperature T Saturation Pressure (kPa) SU(0192 84.5947 89.9104	able for Nitrog Temperature (K) 75.400 75.850 76.350	en @ 77.35 Ins	Close K X
Psat	<u>s</u> vs Te	ave mperature T Saturation Pressure (kPa) 81(0192 84.5947 89.9104 96.0481	able for Nitrog	len @ 77.35	Close K X
Psat	vs Te 1 2 3 4 5	ave saturation Pressure (kPa) 30,0192 84.5947 89.9104 96.0481 98.9411	able for Nitrog Temperature (K) 75.400 75.850 76.350 76.900 77.150	len @ 77.35 Ins Del	Close K X sert lete
Psat	vs Te 1 2 3 4 5 6	ave mperature T Saturation Pressure (kPa) 80(0192 84.5947 89.9104 96.0481 98.9411 101.3028	able for Nitrog	len @ 77.35 Ins Del	Close K X ert lete
Psat	5 6 7	ave Saturation Pressure (kPa) 30(0192 84.5947 89.9104 96.0481 98.9411 101.3028 103.7071	able for Nitrog Temperature (K) 75.400 75.850 76.350 76.900 77.150 77.350 77.550	len @ 77.35 Ins <u>D</u> el	Close K X sert lete
Psat	vs Te 1 2 3 4 5 6 7 8	ave mperature T Saturation Pressure (kPa) 84.5947 89.9104 96.0481 98.9411 101.3028 103.7071 107.3945	able for Nitrog	len @ 77.35	Close K X sert lete
Psat	<u>s</u> vs Tel 1 2 3 4 5 6 7 8 9	ave mperature T Saturation Pressure (kPa) 81(0192 84.5947 89.9104 96.0481 98.9411 101.3028 103.7071 107.3945 113.7597	able for Nitrog	ien @ 77.35	Close K X Sert lete

报告内容选项

OK

报告内容选项定义了对分析数据或手动输入数据进行输出分析 报告的内容, 也可以详细定义表格轴的标尺,轴范围,报告台头, 层厚公式的系数等。

Cancel

根据需要你可以产生简单报告,以表征你的测试样品的基本特性。你可以根据报告内容编辑复杂的报告可以在分析样品时产生报告,或在分析结束后任何时间产生报告。

- 在文件菜单内选择打开 Open, 报告内容选项 Report option, 将出 现报告内容选项文件窗口。
- 2) 在文件名栏目 File name 内输入名字,点击 OK。
- 3) 点击 Yes 产生文件,出现报告内容选项文件对话窗口。

Description: Inch	ort Uptions		Replace
Show report title	Micromeritics Instrument	Corporation	
	Graphic	8	
Show graphic	miclogo.emf		Browse
	Height: 0.250 in.	Width: 2.000	in.
		Selecte <u>d</u> Reports:	
		J Summary	
O <u>v</u> erlays	<u>E</u> dit	✓ Isotherm	a
		Langmuir Surface	Area
		Freundlich	
Applu thermal tran	eniration correction	l emkin t-Plot	
Apply thermal trans	annola tuba:	Alpha-5 Method	
mside dia <u>m</u> eter of	sample tube.	f-Ratio Method	
l.	9.53 mm	BJH Adsorption	
		BJH Desorption	Isorntion -
		Dollimore-Heal D	esorption
		Horvath-Kawazoe	
		DFT Pore Size	
		UFI Surrace Ene	rgy 👱

- 4) 在报告标题 Show report title 栏目,输入显示报告台头的内容。
- 5) 如果想对已完成的几个文件进行比较,点击 Overlay 进行重叠比较

如果你的公司有徽标文件为 bitmap 或 enhanced matafile 文件格式,你可以选择 Show graphic 点击 Browse 选择文件,利用 Height, Width 编辑尺寸, 使徽标出现在报告台头上。

6) 在选择的报告 Selected report 窗口, 双击希望选择的报告并出现一

个对钩符号表示已选择了该报告,同样双击该报告可以取消报告。 在激活报告之后,点击 Edit 可以编辑该报告。

7)点击保存 Save, 然后关闭 Close 。

3. 建立待分析样品的样品文件

每一个待分析样品,首先建立对应的样品信息文件。当你建立 样品信息文件时,你可以接受默认值,或重新编辑信息条件。可以采 用高级方式,基本方式或受限方式建立文件。

高级方式

高级方式允许你编辑文件当中的参数。

- 在主菜单中,选择文件 File,打开 Open,样品信息文件 Sample information,将出现样品信息文件对话窗口。
- 2) 在文件名称 File name 栏目,接受默认值或建立新的文件名称。
- 点击 OK,然后 Yes,便产生了文件,并出现样品信息对话窗口。
 显示的输入内容栏目,都采用默认值。
- 4) 在样品栏目接受默认值或输入适当值。

如果在样品信息文件中,已含有与你将要建立和编辑

的文件相同值的文件时,点击替代 Replace all, 将恢复至相同参数 状态,这些参数仍可编辑。

C:\3020	\DATA\000-000.SM	2		- 🗆 ×
<u>≺</u> < Prev	Sample Samp Information Tube	le Dega: Analysis A Conditions Conditions F	Adsorptive Report Properties Dptions	Next >>
	Sample: 000-000			
	Dperator: FP ubmitter: MMAL			
	lar Code:			
<u>M</u> ass: Density: Comm <u>e</u> l	1.0000 g 1.000 g/cm ³	Type of Data © Automatically collected © Manually entered	User Parameters Parameter 1 Parameter 2 Parameter 3	0.000 0.000 0.000
The info the repo	nmation you enter in nt header.	this window is printed in	Replace All	
	Save	Close	Basc	

- 5) 编辑操作者 Operator 和递送者 Submitter 栏目,当默认为可忽略时 将不显示这些内容。
- 6) 在质量 Mass 栏目, 密度 Density 栏目内输入样品重量和密度值, 密度值被用来计算自由空间值。
- 7) 选择你是否想自动采集数据或你要手动输入数据。

利用提示 Comments 窗口,记录分析时的提示,或准备 条件等信息。并将显示在报告的台头上。

如果你计划收集过程控制信息进行统计分析,需要输入参数值。
 这些参数由用户定义。

9) 完成样品信息文件编辑,点击相关标签,可以打开相应窗口,进行编辑。

10) 当完成所有参数编辑,点击 Save,然后 Close。

基本方式和受限方式

样品信息文件也可用基本方式和受限方式产生参数文件。

- 在主菜单中,选择文件 File,打开 Open,样品信息文件 Sample information,将出现样品信息文件对话窗口。
- 2) 在文件名称 File name 栏目,接受默认值或建立新的文件名称。
- 3) 点击 OK, 然后 Yes, 便产生了文件,并出现基本样品信息对话窗口。

Sample: Carbo	Sample Information	
Mass:	.5500 g <u>D</u> e	nsity: 2.580 g/cm
Sample tube:	Sample Tube	
Degas conditions:	Degas Conditions	
Analysis conditions:	Carbon Reference Mater	ial 24.1 m2/g
Adsorptive properties:	Nitrogen @ 77.35 K	
Report options:	Report Options	
dd Log E <u>n</u> try		Replace All
er a value between 0.0010	and 500.0000.	
Save	Close	Advanced

出现的所有栏目中的选项,均为样品默认 Sample Defaults 设定。

4) 在 Sample 内定义的,接受或改变输入样品标识格式。当包含 符号\$时,文件数字会出现在标识内。

5) 在质量 Mass 栏目内输入样品重量。

6) 在样品密度 Density 栏目内输入样品密度。用于计算自由空间。

7) 对应各项分析参数选项,点击右边向下箭头,选择默认的参数 文件或选择相适合的参数文件:.样品管;.脱气条件(如果选购 Smartprep 脱气站).分析条件.吸附质特性.报告选项

如果存在同样条件的文件时,点击 Replace all,选择该文件进行替代。

8) 点击保存 Save, 点击 Close, 关闭对话窗口。

4. 分析前的准备

为了保证分析精度和重复性,应按以下步骤和顺序进行准备。 清洁样品管,

样品预处理,

产生样品文件,

称量样品,

样品脱气,

在分析口上加载样品,

往杜瓦瓶内加液氮并检察液氮液面。

清洗和标识样品管

样品管,填充棒应首先清洗洗干净和烘干后,才能使用。

 首先确认超声波池子内干净,加入约 500 毫升热水,加入 5 毫升 洗涤灵或表面活性剂,将样品管和填充棒放入后超声清洗约 15 分 钟取出。



- 2) 戴上橡胶手套把样品管取出,用专用毛刷清洗因管内部。
- 3) 用酒精或丙酮清洗样品管。
- 4) 用蒸馏水或去离子水清洗样品管。



5) 把样品管和填充棒放到架子上,用烘箱或真空烘箱,设定 110 度



- 2小时烘干。
- 6) 待烘箱降温至室温后,取出样品管和填充棒。



这时填充棒不要放到样品管里,只是当样品管要安装到样品口之前再把填充棒放入。

7) 将塞子用干净的绸布擦净,安装在样品管上。

8) 将样品管和塞子,进行标识。

样品上机分析前的预处理

由于样品分析前状态无法控制,样品内部可能含有很多水 分,有机质或腐蚀性物质。在分析前为了保证分析样品中的杂 质,不污染仪器,不损坏或腐蚀仪器管线,在上机分析前通常 进行预处理。

1)样品应放置在高温烘箱中,至少在110度下烘干2小时,若能放置在真空烘箱中烘干效果更好,样品自然冷却至室温,并在干燥器
 皿中保存。

2) 密度小的粉末样品,尽量在 20 公斤力下压片。

确定样品分析用量

通常待分析样品能提供 15 至 150 平方米表面积,适合氮吸附分 析。少于它会带来分析结果的不稳定,多于它会延长分析时间。 对于大比面积的样品,样品量要小。对于少量的样品,脱气后的称量 变得很重要,很少的称量误差会在总重量中占很大比重。这样称量技 术就十分关键。样品重量不要小于 100 毫克。

粉末样品采用长颈漏斗,加样至样品管的底部。大颗粒样品应采 用镊子加样。



称量样品重量

由于分析结果表述为单位重量的表面积,因此需要知道样品的真 重量。要仔细称量样品管和样品。

样品的准确重量通常有以下方法获得:

- . 称量脱气前样品管空管重量(包括:样品管和塞子);
- . 称量脱气前加了样品的样品管总重量减去空管重量;
- . 称量脱气后加了样品的样品管总重量减去空管重量;
- . 称量分析后加了样品的样品管总重量减去空管重量。
- 1) 在记录本上记录样品管号和塞子号。
- 2) 将托放在天平上称重后去皮, 使得天平稳定在零。
- 3)将样品管组件(样品管,塞子或填充棒)连同托放在天平上称重。
 并记录样品管的空管重量。



4) 把盛样品的容器放在天平上称重后去皮, 使天平稳定在零。



在以下操作中不要用手触碰样品管和填充棒。

- 5) 慢慢将样品放入样品容器中,称重。
- 6) 取下塞子或自动密封头,从样品管内取出填充棒。
- 7) 使用漏斗,将样品倒入样品管内底部。
- 8) 重新加上塞子或放入填充棒并用塞子密封。
- 9) 重新称量含样品的样品管组件,并记录脱气前样品管总重量。

10)减去样品管的空管重量,便获得了样品重量,并记录样品脱气前的重量。



样品脱气

绝大部分样品表面在室温环境下吸附了大量的污染物和杂质, 在分析前要去除掉这些脏东西,样品表面进行清洁。样品在真空下加 热,从而去除样品表面的脏东西,或样品在加热下,用纯净的惰性 气体吹扫,从而去除样品表面的脏东西,称为样品脱气。

- 1) 首先将样品管安装到脱气站口上真空接头上。
- 2) 将面板上开关扳致,真空 Vacuum, 慢慢拧大针阀流量,用真空泵 抽样品。
- 3) 安温度设定键 set, 设定加热温度。并进行记时。



4) 脱气结束后将样品管转移至加热口外的冷却口, 冷却, 同时继续 抽真空。

- 5) 让样品管冷却至室温。 (约 15 分钟)。
- 6) 回填气体后,从脱气口上取下后,立即用塞子塞上。
- 7)称量样品管总重量减去空管重量,得到脱气后的样品重量。

样品管称重后安装在分析口上,立即进行分析。



如果样品管不能立刻安装在分析口上,那末可以让它继续 留在脱气口上,或者取下后用胶塞子堵上并塞紧,放在试管架上。

液氮的储存

要采购高纯度液氮,液体颜色应为白色,为蓝色的,可能不纯,

不要用。测试饱和压力大于 800 毫米汞柱的液氮不能用。

液氮储存在专业厂生产的液氮罐中。并配备液氮泵输出液氮。



安装样品管

1) 去掉管口的塞子;

2) 如果需要填充棒,将样品管和填充棒水平状态下放入;





3) 如果使用保温套管,将其套装上样品管上,向下紧挨管头;



4) 将 Po 管套装到杜瓦瓶的盖子中心,盖子大口向上,小口向下。

- 5) 将样品管套装到盖子的一个口上, 安上螺母, 卡套和 O 圈;
- 6) 将其安装在分析口上, 拧紧;
- 7) 顺着样品管向上滑动杜瓦瓶盖子,到最上端。

安装分析口杜瓦瓶



在操作时需要注意以下问题:

A. 穿戴保护用品, 戴上防护镜, 穿上保温手套。

- B. 再往杜瓦瓶里加液氮时要一点一点慢慢加以减少杜瓦瓶的热冲击,同时防止液氮飞溅。
- C. 不要移开杜瓦瓶的保护盖以免坚硬物体飞落入杜瓦瓶中,击碎它。
- D. 不要在杜瓦瓶的上方操作和移动一些坚硬的零件,在没有保护盖时掉落到杜瓦瓶中击碎它。

按以下步骤安装分析口杜瓦瓶:

1) 将冷井杜瓦瓶中液氮加至离上端5厘米处。



不正常的液氮液面会导致测量误差,在分析前应当检查液

氮液面。

- 2) 小心将杜瓦瓶放在电梯上, 放置约两分钟。
- 3) 把检查液氮液面的十字架放到杜瓦瓶中,不要超过标志孔。





Level indicator mark

Wetness or frozen condensation indicates bath liquid level

4)允许稳定 30 分钟后,重新检查液氮液面。液氮不够需要重新添加。5)和上安全门,待分析。



分析准备

确认一下各项都准备好就可以开始分析样品了。

- 1) 仪器旁边的气体钢瓶,减压表设置为 15-18psia (0.1 Mpa);
- 2) 仪器真空泵提供低于 20 微米的真空度;
- 3) 杜瓦品内加满液氮;



4) 样品已完成脱气处里和称重

5. 样品分析

Tristar 提供了两种分析方法。

.标准式--你可以使用不同的分析文件,对三个样品进行分析。

.快速式--你可以对多个样品进行分析,使用相同的分析文件。

标准分析

1) 在 Unit 菜单中选择开始分析 Sample Analysis, 将出现对话窗口。

🛅 Analysis (Unit	1 - S/N: 201)					_ 🗆 ×
View: 0	peration	×	Close <u>V</u> alves			
Port 1	C:\3020\DATA\0	00-007.SMP				
Sample:	Silica alumina			Biowsc	Clear	
Mass:	1.0000 g	Density:	1.000 g/cm ³			
Port 2						
	[Browse	Clear	
Mass:	1.0000 g	Density:	1.000 g/cm ³			
Port 3						
T dig 3	r			Browse	Clear	
Mass:	1.0000 g	Density:	1.000 g/cm ²			
Po: 760.0	000 mmHg	Bath temperature:	77.300 K	Report after ar	nalysis	
,				E <u>x</u> port after an	alysis	
	<u>S</u> tart				Cancel	Close
Port Sample 1 2	Status I die I die					
3	Idle					

2) 点击 Browse 选择要分析的文件,点击 OK。

 3)确认样品标识,样品重量,等分析参数,当采用计算自由空间是 需要输入样品密度。

4) 在显示 PO 和池温时, 输入适当值。

5)点击分析后自动产生报告 Report After Analysis ,并选择输出目的 地。可以产生报告至屏幕,打印机,绘图仪和文件。

6) 点击分析后自动输出 Export After Analysis ,可以产生等温线数据输出。

7)点击开始 Start 进行分析,分析的实时数据窗口会显示,在分析从 Idle 状态转变时,会有短暂延迟。

快速开始分析

在这种分析方法中不必准备样品文件,样品文件自动提供约定值。你

也可以选择代替方式替换文件内容。

在 Unit 菜单中选择开始分析 QuickStart Analysis, 将出现 1)

对	话	窗		o	
🖲 QuickStart (Unit 1 -	S/N: 201)				_ 🗆 ×
View: Uperation Sample ID: Operator:	s	<u>Close ¥al</u>			
Report Options	nalysis	- Export Option	s er analysis		
Number of Hepor Destination	Screen	Export Type File Type:	Spreadsheet File		
File name C:\30	20*.RPT	Directory:	C:\3020	B	owse
	Next >>			<u>C</u> ancel	Close
Port Sample 1 2 3	Status Downloading. Downloading. Downloading.				

- 确认样品标识。 2)
- 3) 输入操作者姓名。
- 点击分析后自动产生报告 Report After Analysis ,并选择输 4) 出目的地。可以产生报告至屏幕,打印机,绘图仪和文件。
- 点击分析后自动输出 Export After Analysis ,可以产生等温 5) 线数据输出。
- 点击 Next 出现如下窗口。 6)
- 文件名称被自动定义并给出约定条件,点击 Replace All, 7) 相邻 Sample 栏目出现文件,你可以选择希望替代的文件 名。

8)	确	认	选	择	好	分	析	的	\square	c
0)	印用	JN		1+	×1	ノ	1V I	ЦЭ	H	c

QuickStart (U	nit 1 - S/N: 201)		
View: 0	peration 🗾	Close ¥alves	
Port 1	C:\3020\DATA\000-035.5MP		
Sample:	000-035	Replace All	
Sample I	ube: Sample Tube	_	
M	lass: 1.0000 g Density:	1.000 g/cm²	
R D a b	C-\3020\DATA\000.036 SMP		
Sample:	000-036	Replace All	
Sample I	ube: Sample Tube		
м	ass: 1.0000 g Density:	1.000 g/cm ³	
	C.1.2020UD & TAL 000 027 CMD		
Sample:	000-037	Replace All	
Sample.	uhe: Sample Tube		
J ample i	ass: 1 0000 a Density	1.000	
	lass I I.0000 g Density	1.000 g/cm ²	
Po: 10	1 3250 kPa Bath temperature	77 200 K	
10.1 10	1.3230 N G Duti temperature	. <u> </u>	
	Start	Cancel	Close
ort Sample	Status Idle		
	ldle Idle		

- 9) 确认输入分析口的样品重量,等分析参数,当采用 Calculate 计算自由空间是需要输入样品密度。
- 10) 确认输入 PO 和池温时,输入适当值。
- 11) 点击开始 Start 进行分析, 下列动作会显示。

.分析的实时数据窗口会显示,从下载文件状态中会转变,如 果你希望观察某一个口的报告,你可以选择按键 Report Port (n), 报告会输出到屏幕。

. 当分析结束时,快速开始分析第一个窗口会出现。

12) 重复以上步骤,进行另外的分析,点击 Close,关闭快速分 析窗口。

6. 打印文件内容

你可以将样品文件和参数文件打印输出至屏幕,打印机和文件等 方式。

1)	从	文	件	File	菜	单	选	择	列	表	Print	;
	Pr	int Sam	ple Info	mation File							×	
	File	name:	*.SMP									
	Se	election	Criteria	3. 1		Sett	ings					
	5	talus:	Comple	te	-	Cop	les tination	Carro			_	
	4	Date Range File name C:\3020\DATA*.RPT Files: Directories:										
	<u>F</u> iles:						Dir <u>e</u> ctories: c:\3D20\data					
	blankex.smp carbonex.smp sialex.smp volcalex.smp Volcalex.smp Carbon Reference (exar Silica Alumina Reference Volume Chamber (example) Carbon Reference (exar Silica Alumina Reference Volume Chamber (example)					ample) ce (exa nple)	mple)		(-a) [-a) [-d) [-d) [-e) [-e) [-g) [-g) [-g)	-] -] -] -] -] -]	*	
	<u> </u>							Þ			•	
				<u>K</u>			4	Lanc	el			

- 从 File 列表窗口,选择所打印输出的文件。如果希望打印多个文件,按 Ctrl 键,选择多个样品文件。
- 3) 在目的地 Destination 栏目用下拉箭头选择输出目的地,

如果选择文件 Printer 为目的地,可以打印输出四份文件。

如果选择文件 File 为目的地,需要输入文件名称或接受约定值。

 点击 OK,选择的文件被输出至目的地。以下显示为输出文件到屏 幕。

	_ 🗆 >
r II 3020 V1.00 Sample File	
2/18/2008 2:25:32PM	Page 1
P	-
	-
Carbon Reference Material	
UNIT #	
0.5500 g 2.5800 g/cm ³	
Automatically collected	
Sample Tube	
1.0000 cm ³	
0.0000 cm "	
0.0000620 Xoa	
Yes	*
	r II 3020 V1.00 Sample File 2/18/2008 2:25:32PM p Carbon Reference Material UMIT # 0.5500 g 2.5800 g/cn ³ Automatically collected Sample Tube 1.0000 cm ³ 0.0000 cm ³ 0.0000 cm ³ 0.0000 cm ³ 0.0000 cm ³

Close: 关闭窗口;

Print: 打印报告到约定的打印机。

Header: 关闭或打开报告台头。

Pre 或 Next: 向前或向后, 浏览文件内容。

7. 输出分析结果列表文件;

你可以产生下列文件列表信息:

文件名称;产生报告的日期;产生报告的时间;文件的识别;文件的状态。

- 1) 从文件 File 菜单选择列表 List;
- 2) 从出现的对话窗口,选择列表文件类型,例如样品文件。
- 3) 在目的地 Destination 栏目用下拉箭头选择输出目的地,如果选择 文件 Pinter 为目的地,需要输入文件名称 File name。

4) 点击 OK, 产生新建的输出文件。

🔲 List Sample Information Fi	le 🗙
File name: ALUMINAE.SMP Cor	nplete
Selection Criteria	Settings
Status: All	C <u>opies</u> 1
	Destination Printer
Dates	File name C:\DEMOGEMI\DATA\AL
<u>F</u> iles:	Dir <u>e</u> ctories:
000-000.smp 000-002.smp000-000 000-002aluminae.smpAlumina (example)blanke.smp blankr.smpBlank Tube (example)blankr.smp carbone.smp carbonr.smpCarbon (example)carbonr.smp galum.smp galum5.smpCarbon Reference Mate GAMMA ALUMINA 3 po GAMMA ALUMINA 5 po Silica Alumina (example)	erial int int int int
0 <u>K</u>	Cancel

8. 输出分析结果等温吸附和脱附线数据;

在文件 File 菜单中的输出选项 Export 可以输出等温线数据文件为 ASCII 文件。 输出文件包括绝对压力列,相对压力列,吸附体积, 测试时间。

1) 从文件 File 菜单,选择输出 Export,出现输出文件对话窗。

🗖 Export Sample File	×
File <u>name:</u> SIALR.SMP N Selection Criteria Status: All <u>D</u> ates	No Analysis Settings Export Type Isotherm Copies 1 Destingtion File File name C:\DEMOGEMI\DATA\Si
Files: blanke.smp blankr.smp carbone.smp carbonr.smp galum.smp galum3.smp galum5.smp galum7.smp siale.smp volcal.smp Blank Tube (example) Carbon (example) Carbon Reference M GAMMA ALUMINA GAMMA ALUMINA 3 GAMMA ALUMINA 5 Silica Alumina (exam Silica Alumina Referent Volume Chamber Rum	birectories: c:\\data c:\\data c:\\data [] [-c-] [-d-] [-d-] [-e-] [-f-]
0 <u>K</u>	Cancel

- 2) 从文件 File 名称窗口选择文件。、
- 3) 选择输出目的地,当选择文件为目的地时,重新输入文件名称。
- 4) 点击 OK, 文件被输出。

9. 产生分析结果的重叠曲线

用曲线重叠功能可以对多个样品结果比较和对一个样品不同曲 线的比较。 既可以有以下两种方式:

多个样品的重叠:

可以对完成分析的8个样品的结果进行比较。

多个曲线的重叠:

一个样品的两个曲线进行重叠,适用于: BJH 吸附曲线 (Gemini2380), BJH 脱附曲线(Gemini2380), MP 报告(Gemini2380)。

在基本模式下不能进行曲线重叠,只有在高级方式下可以进行。

多个样品文件的重叠

- 在主菜单上选择 File, Open, Sample infoirmation,出现文件信息 窗口。
- 2) 选择一个样品文件,点击 OK,进行重叠比较。
- 3) 点击报告选项 Report options, 出现报告选项窗口
- 4) 选定比较的报告或曲线。
- 5) 选择一类曲线进行比较如下。
- 6) 点击重叠 Overlays, 出现如下窗口。

C:\DEMOGENI\DA	TA\000-003. SHP				- 🗆 🗙
< Prev Sample Information	Degas Conditions	Analysis Conditions	Adsorptive Properties	Report Options	Next ≥>
Description:	BET Micromeritics Instrum	ent Corn		Replace	· _
Show report <u>title</u>	miclogo.emf			Browse	<u> </u>
Sele	Height: 0.250	in. Wid	th: 2.000	in.	
?lsol ?BE1 Lan	herm Surface Area gmuir Surface Area		<u>E</u> dit		
?t-PI ?BJH ?BJH	ot Adsorption Desorption				
Dut MP 20pt	vinin Method ions				
?Sun San	nmary nple Log				
Save		<u>C</u> lose		Basic	

希望重叠曲线	步骤,
Isotherm, BET	点击所选报告,点击 Edit, 出现报
Langmuir Surface Area, T-plot	告窗口。
	选择重叠 Overlay samples。
	点击 <mark>OK</mark> ,重新返回主报告窗口。
Dubinin	选择 Dubinin 报告,点击 <mark>Edit</mark> ,出
(Gemini2380)	现报告编辑窗口。
	选择其中具体某条曲线,点击
	<mark>Edit</mark> , 出现曲线对话窗口。
	选择重叠 Overlay samples。
	点击 <mark>OK</mark> ,重新返回 Dubinin 报告
	窗口。
	点击 <mark>OK</mark> ,重新返回主报告窗口。
BJH 吸附曲线, BJH 脱附曲线,	选择希望比较的报告,点击 <mark>Edit</mark> ,
MP 报告。	出现报告编辑窗口。
(Gemini2380)	选择其中具体某条曲线,点击
	<mark>Edit</mark> , 出现曲线对话窗口。
	选择重叠 Overlay , 选择
	Samples。
	点击 <mark>OK</mark> ,重新返回次报告窗口。

		点击 <mark>OK</mark> ,	,重新返回主报告窗口。
🛄 Graph Ov	verlay Samples		×
<u>S</u> ample 1			Browse
S <u>a</u> mple 2			Browse
Sa <u>m</u> ple 3			Browse
Sampl <u>e</u> 4			Browse
Sample <u>5</u>			Browse
Sample <u>6</u>			Browse
Sample <u>7</u>			Browse
Sample <u>8</u>			Browse
**Reminder* overlaid by Report in th	You must select which selecting the Overlay sam e Report Options.	ch graphs are ples on each	to be Selected
	0 <u>K</u>	<u>C</u> ancel	

- 7) 在样品文件 1 Sample 1 栏目,点击浏览 Browse,出现文件名称窗口。
- 8) 选择希望重叠比较的文件,点击OK,同样方式选择其他8个文件。
- 9) 点击 OK, 主报告窗口重新出现。
- 10)点击保存 Save,保存文件的设定。
- 11) 在主菜单下,选择 Report,和开始报告 Start Report,选择你刚才编辑的文件,和报告的目的地。

12) 点击 OK,将出现比较的报告。再点击 OK。

多个曲线重叠

麦克默瑞提克(上海)仪器有限公司 公司网址: www.micromeritics.com 服务热线: 400-630-2202

对于 Gemini2380 以下报告可以实现多个曲线的重叠。

BIH 吸附报告, BJH 脱附报告, MP 报告

在主菜单上选择 File, Open, Sample infoirmation,出现文件信息窗
 口。

2)选择一个样品文件,点击 OK,进行重叠比较。

- 3) 点击报告选项 Report options, 出现报告选项窗口
- 4) 添加或删除报告。
- 5)对选择的报告进行编辑 Edit,出现报告对话窗口。

BJH Adsorption Rep	port Options X
Thickness Curve Halsey Harkins-Jura Carbon Black STSA Broekhoff-de Boer	Minimum BJH diameter:17.000Maximum BJH diameter:3000.000Fraction of pores open at both ends:0.00
C User-Defined	Adsorpti <u>v</u> e Smooth <u>d</u> ifferentials
Pressure Range	Selected Reports: ?BJH Tabular Report ?Cumulative Pore Volume ?dV/dD Pore Volume ?dV/dlog(D) Pore Volume Cumulative Pore Area dA/dD Pore Area dA/dlog(D) Pore Area
0 <u>K</u>	Cancel

- 6)选择比较曲线点击 Edit, 出现曲线变量窗口。
- 7) 选择重叠 Overlay 下拉箭头, 在变量 Variable 窗口选择比较曲线。

🧮 BJH Adsor	ption Cumulative	Pore	Volume	0pt 🗙
Plot curve	Plot points			
X-Axis				
<u>C</u> Linear	Logarithmic			
Autosca	le 10.0 to		10000.0	
Y-Axis				
Variable:	Cumulatina Para Valu		_	
<u>+</u> anabie.	Culliulative Fole volu			
<u>O</u> verlay:	dV/dD Pore Volume		•	
Autosca	ale 0.0000 to	9	999.0000	cm?a
_				
	0 <u>K</u>		<u>C</u> ancel	

8) 点击 OK, 返回 BJH 报告窗口。

9) 点击 OK, 主报告窗口重新出现。

点击保存 Save, 保存文件的设定

10)点击保存 Save, 保存文件的设定。

11) 在主菜单下,选择 Report,和开始报告 Start Report,选择你刚才

编辑的文件,和报告的目的地。

12) 点击 OK, 将出现比较的报告。再点击 OK。

Gemini 表面积分析仪保养指导

1.	清洁仪器外壳	每周一次

- 2. 更换分析口的过滤器片 6个月一次
- 3. 润滑电梯螺杆, 6个月一次;
- 4. 清洁分析口杜瓦瓶,每周一次;
- 5. 更换样品管 O 圈, 每 3 个月;
- 6. 检查和更换真空泵油,每3个月;
- 7. 更换真空泵油井中,活性铝,每3个月;
- 8. 更换真空泵出口过滤器,每3个月;
- 9. 运行仪器漏测,检查仪器,每一年。

1. 清洁仪器外壳, 每周一次

用干净布沾异丙醇或清水擦拭仪器外壳。避免清洗液趁入仪器外壳内部。

2. 更换分析口的过滤器片 , 6个月一次

分析口上有过滤器。如果污染了,在分析过程中会发生吸附和 脱附,从而影响分析结果。会造成漏测,通不过。以及自由空间 偏小的问题。

用扳手把样品管接头从样品口上卸下,更换过滤器和 O 圈, 重新拧回去。



3. 润滑电梯螺杆,6个月一次



用润滑油脂,在电梯螺杆涂抹薄薄一层。

4. 清洁分析口杜瓦瓶

检查分析口杜瓦瓶内部是否清洁,杜瓦瓶内沉积物,会带 污染液氮,和影响杜瓦瓶的正常升降,用清水冲洗杜瓦瓶 内部,洗净后,用干布擦净后,晾干。

5. 更换样品管 O 圈

样品管上黑色 O 圈,老化或破损后需要更换,以免影响样品 管的真空密封。



注意更换 O 圈时要防止卡套从样品管上脱落到样品 管底部,把样品管打碎。

6. 检查和更换真空泵油

从泵的观察窗,检查泵的油面是否正常?油面应在中间的位置。油的颜色是否清澈透明?油应清澈透明。否则从泵的出口排除油,在加油口加油至正常油面位置。



重新加油时,首先要断电,把真空管断开,



把真空泵放到桌子上,



把排油孔拧掉,用容器接放出的废油。



拧开加油孔盖,用漏斗加油至观察窗中间位置。





7. 更换真空泵油井中,活性铝。

当油井中活性铝大部分变色,已吸附饱和后,应更换。打开卡 套,取下油井。



把管子内部用清洗剂,水,及异丙醇清洗后,吹干。





把用过的活性铝,放到烘箱内,设定温度为 300 度,烘干 2 小时, 在烘箱内冷却至室温。

用工具把 O 圈安到盖子内,同时检查 O 圈是否老化和破损? O 圈表面应清洁无颗粒。



把活性铝加至顶部即可。把盖子拧紧。



拧紧后,用手拿住管子,轻轻敲敲桌面,可以把活性铝表面粉 尘去掉。



安上 O 圈后,把油井装上,把卡套从上下拧上。









8. 更换真空泵出口过滤器

仪器气体出口,是真空泵的出口。安装的过滤器可以减少油蒸 气,当出口过滤器饱和后,应被更换。拧开卡套之后,更换新的 过滤器即可。



9. 运行仪器漏测,检查仪器

你可以按以下步骤测试仪器漏率,并把形成的测试文件发给麦 克公司的服务代表。

- 1) 选择 Unit (1) > Diagnostics, 出现服务测试窗口。
- 2) 再 Test 栏目内, 选择 System Leak Test Rev. (latest revision letter)。
- 3) 选择分析后出报告 Report after test, 选择屏幕 Screen 为目的地。
- 4) 点击 Next, 出现第二个服务测试窗口。
- 5) 测试结束之后,对话会出现结束提示。
- 6) 点击 OK 关闭对话窗口。
- 7) 当你完成测试后,屏幕上会自动产生报告。

Service T	est (Unit 1 - S/N: 201)		
<u>V</u> iew:	Operation		
Test	System Leak Test Rev. A		
Sequence	0017		
Jequence	Image:		
Repeat File: Step:	Next 2> C:\\USERDIAG\0015.SVT		Close
	T DIST CALMEN		
- giservice	Descripe V	E line	Europed
<u>v</u> iew:		<u> </u>	<u>- 50</u> spenu
Report	Instrument to Regulate Titem 1:		Report
Rend	Unit 1 - 5/%: 101 This service utility will help you to properly clean and verify the gas supply installed on inlet port 9. OK Cancel	Gancel	files
Kepe		Cancel	Llose
File: Step:	CALINDERDIAD/0013.5V1 14. Wait for operator (This service utility will help you to properly clean and verify the cas supply i	nstalled on inlet port	9. 1.

- 14. Wait for operator (This service utility will help you to properly clean and verify the gas supply installed on inlet port 9.).
- 8) 点击 Save as,出现对话窗口。
- 9) 接受约定名字,点击 Save 返回报告窗口。
- 10) 点击 Close 关闭报告窗口。
- 11) e-mail 该报告至麦克公司服务代表。



ave As			25		? >
Save jn:	USERDIAG	<u> </u>	•	Valve E Gas L Valve E Base Valve E Leak Valve 14 Gas Valve 14 Base Valve 14 Base Valve 5n6 Bas Valve E Leak Valve E Leak Valve S Gas L Valve S Base	ine Outgas A Rate - 23 Rate - 24 Line Outga Rate - 26 Rate - 27 Rate - 27 Rate - 29 Rate - 30 ine Outgas Rate - 32 Rate - 32
File <u>n</u> ame:	0021.REP		<u>S</u> ave	Current	All
Save as type:	Report System(*.rep)	•	Cancel	Shown	Clear