

ASAP2020 全自动物理和化学吸附仪

一、基本原理

物理和化学吸附仪是进行各种材料比表面、表面孔径、孔容分析必备的重要工具，现已广泛用于锂电、冶金、地质、采矿、石油、轻工、农业、医药、卫生、食品及环境监测等领域。该分析仪全自动运行，能进行真空体积测定的气体物理和化学吸附的系统，能在测定一个样品的同时，独立地对另外二个样品进行脱气操作。该系统可以用于全面地测定具有微孔的物质（如沸石，活性炭，催化剂等）的特性；能进行各种催化剂表面分析表征；该系统产生所需要的吸附和脱附数据，用于确定并给出所有的表面积和技术指标部分所列的有关参数。



二、操作规程

1、开机及准备

- 1) 依次打开吸附仪主机，氮气主阀，氦气主阀，干泵，油泵，电脑，双击“ASAP 2020”图标进入软件操作界面
- 2) 点击“Unit1” → “Degas” → “Show Degas Schematic”，显示脱气站示意图。然后再点击“Unit1” → “Degas” → “Enable Manual Control”，进入脱气站手动

模式，双击 D5, D6, 打开阀门，将脱气站抽真空，抽至 500 ppm 以下即可证明体系不漏气

- 3) 点击“Unit1” → “Show Instrument Schematic”，显示分析站示意图。然后再点击“Unit1” → “Enable Manual Control”，进入分析站手动模式，双击 1、2、4、5、7，打开阀门，将分析站抽真空，抽至 1 ppm
- 4) 根据实验需要，打开气体钢瓶将压力调至 0.1 Mpa（勿动分压阀，开启主阀即可）

2、样品准备

- 1) 称量空样品管+塞子的质量（去除泡沫底座质量后，将 U 型管套在上面称重）
- 2) 用称量纸称量样品质量（样品量根据样品材料比表面积预期值不同而定。比表面积越大，样品量越少。参考值：BET surface area 200 m²/g，样品量 0.2 g）
- 3) 将所称量样品装入已称重的空样品管中（粉末样品用纸槽送到样品管中，以免样品粘在管壁上）
- 4) 将样品管安装到脱气站口（务必拧紧！确保样品管是密封的！），在样品管底部套上加热包，再用金属夹将加热包固定好。等待脱气处理

3、软件操作程序设定

- 1) 点击“File” → “Open” → “Sample Information” → “OK”（新建一个文件） → “Yes” → “Replace All”，根据实验需要选择相应的文件，双击列表中的文件名进行替换
- 2) 在“Sample Information”中依次输入详细的样品名，操作者，样品提交者
- 3) 在“Sample Tube”中所用的样品管编号，选择“Use isotherm jacket”和“Seal frit”
- 4) 在“Degas Condition”中输入脱气条件。预处理脱气时间最少为 2 小时，吸湿性的样品及其它特殊样品应至少脱气 4 小时，最好能脱气过夜
- 5) 在“Analysis Condition”中依次设定分析条件
- 6) 在“Adsorptive Properties”中根据实验需要修改相应的气体参数
- 7) 在“Report Options”中选择所要查看的报告项目
- 8) 点击“Save” → “Close”

4、样品脱气及分析

- 1) 点击“Unit1” → “Start Degas” → “Browse”，双击所建文件，点击“Start”，开始脱气

- 2) 脱气结束后，在对话框中点击“OK”。将样品管从脱气站取下来迅速称重，减去空样品管的质量后得到脱气回填后样品的质量
- 3) 将样品管装到分析站（务必拧紧！确保样品管是密封的！），放上盛有液氮的杜瓦瓶，等待分析
- 4) 点击“File”→“Open”→“Sample Information”，双击所建的文件，在“Sample Information”中输入第2步得到的样品质量，点击“Save”→“Close”
- 5) 点击“Unit1”→“Sample Analysis”，双击所建的文件，点击“Edit”，检查所输入的分析条件等信息，无误后点击“Start”，开始分析

5、数据导出

- 1) 点击“Reports”→“Start Reports”，双击选择所建立的新文件，即可查看实验报告
- 2) 点击“Save as”，根据需要可以将文件另存为 Excel 表格(.xlsx)格式或者文本(.txt)格式

6、关机

- 1) 关闭软件，关闭计算机
- 2) 一般不需要关闭吸附仪主机电源，使其处于抽真空状态（分析结束后，系统自动处于抽真空状态）
- 3) 若长期不使用（如放长假），需要关闭吸附仪主机电源，步骤如下：
 - ①关闭软件，关闭电脑
 - ②关闭吸附仪主机电源
 - ③关闭干泵电源，拔下插头；拔下油泵的电源插头
 - ④拔下电脑和吸附仪主机的电源

7、使用登记

如实登记测试日期、操作者姓名、测试内容及使用情况等内容并签名

三、注意事项

1、仪器使用注意事项

- 按顺序开关机，关机至少5分钟后才能再次开机
- 仪器测量时，不能关闭操作软件和电脑
- “ASAP 2020”物理吸附和“ASAP 2020C”化学吸附不要频繁切换

- 杜瓦瓶最好每两天换一次液氮

2、液氮

- 液氮具有一定的危险性，在向杜瓦瓶中添加液氮时务必带好一次性手套和防护手套
- 测试所需的液氮在剩下半瓶时但仍有测试需求的务必提前联系管理员订购液氮

3、样品要求

- 在测试过程中需要经过加热进行脱气，因此在 550℃ 以上会出现由于样品分解导致材料质量减少的（如大部分硫化物、氢氧化物等），需要适当地降低加热温度并延长加热时间，随后按正常流程操作测试即可，但在 200℃ 以下分解的材料禁止测试！
- 在测试过程中需要经过加热进行脱气，在加热条件下材料出现变形（膨胀、收缩等）等情况的禁止测试（如不耐热的隔膜等）
- 与氮气在加热情况下能够反应的物质严禁测试

4、使用后

- 所有的密封设备在使用完后务必放置在对应位置处，切勿乱放
- 仪器配用计算机及其它器材不作他用，请勿随处转移，用完并清洁后务必及时归位
- 每次使用完及时将 BET 卡归还至 BET 管理员

四、日常维护

- 1、仪器注意防潮，防尘，防湿
- 2、玻璃仪器在测试完成后及时洗干净放置 60℃ 或 80℃ 烘箱烘干以便于下次测试使用
- 3、定时检查氮气瓶和氦气瓶中的气体剩余量
- 4、定时检查油泵中油量，确保能够正常工作

五、异常情况应对

1、抽真空真空度下不去

首先将干泵和油泵关闭，通过手动控制阀门将脱气和分析装置的大气压回填气体至一个大气压，然后将样品管拆卸后，确保使用大小合适的皮圈后，重新将样品管装至脱气站或分析站，重新开启干泵和油泵抽真空

2、使用过程中电脑软件卡死

请勿触动装置的任何其他部分，只需要关闭电脑软件并重新启动软件即可

六、仪器故障实例

- 1、因脱气站样品管未垂直密封安装导致仪器脱气站一直在抽真空，无法正常工作
- 2、因分析站样品管未垂直密封安装导致样品管破碎，仪器无法正常工作
- 3、清洗时应操作不当，导致样品管摔碎
- 4、软件死机而无法操作电脑界面

七、维修维护

多次更换样品管。玻璃制品破碎，需要购买新的样品管和冷阱管时需要先经过管理员同意后在 ilab 进行申购，待赵老师审核后，在淘宝自行下单购买，并要求店家保留发票已被后续报账使用。

八、联系方式

ASAP 2020 工程师 电话：13585922793

九、附录