

ASAP Series PLUS

Physisorption

中文操作手冊

Merit Science Corporation-Taiwan

Weien Hung 洪韡恩

Line ID: weien | Mobile: +886928887887

Office: +88628522-3500

weiencafe@meritscience.com.tw

目錄：

ASAP 2020 PLUS

比表面積分析儀 (BET) 原理及操作流程簡介：

- 一、開機
- 二、關機
- 三、建檔及參數設定與修改
- 四、樣品除氣與分析
- 五、完成分析測量檔案報告及輸出
- 六、補充項目
- 六、注意事項
- 七、保養指導



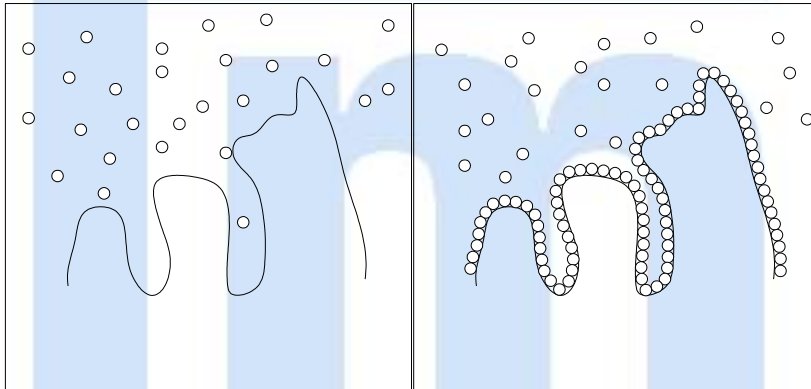
ASAP 2020 PLUS 比表面積分析儀 (BET) 原理

任何的平面的物質，其在放大的倍數下，所得到的圖像是不規則的表面，為得到表面積的實際面積及相關資訊，我們將做深入的探討。

應用：

根據凡德瓦爾力原理，一般環境中皆有凡德瓦爾力，因氣體分子在一定的空間會進行碰撞，但也有些氣體分子會停留在固體的表面，停滯不動，不因任何力的影響而進行改變，這種力稱之為凡德瓦爾力。凡德瓦爾又發現 N_2 在 LN_2 的環境下，其凡德瓦爾力最大。

BET 發現在 $P/P_o = 0.05 \sim 0.3$ 時，氣體分子會在固體的表面形成一單層吸附，而 $P/P_o > 0.3$ 時，會開始形成多層吸附，而根據這原理來做以下的介紹。



原理：

我們用以真空的理論 $PV=nRT$ 來做探討

P:壓力

V:體積

n:氣體的分子數

RT:常數

在這之前我們先做凡德瓦爾力單層吸附的講解。

氣體在一定的條件下,其氣體分子會完全的吸附在物體的表面。

根據凡德瓦爾的發現氮氣(N_2)在液態氮(LN_2)的飽和蒸氣壓最大

凡德瓦爾力 $P/P_o = 0.05 \sim 0.30$

P:壓力

P_o :飽和蒸氣壓

而我們根據分子的直徑來計算附著物體表面積的總分子數，即可得知其物體表面積的面積了。



氣體分子的直徑

當然為了達到更精準的數值，而氣體純度的要求必需要達到 99.999%

氮氣的飽和蒸氣壓(P_o)為 740~780mmHg

根據 $P/P_o = 0.05 \sim 0.3$ ，而假設 $P/P_o=0.1$ ， $P_o=760\text{mmHg}$

則 $P=76\text{mmHg}$

又根據真空的理論 $PV=nRT$

P 由儀器上的壓力計得知、 V 為已知容積、 RT 為氣體常數，則可得知 n 氣體分子的數目。

物理吸附：分子間作用力（凡德瓦爾力）

特點：

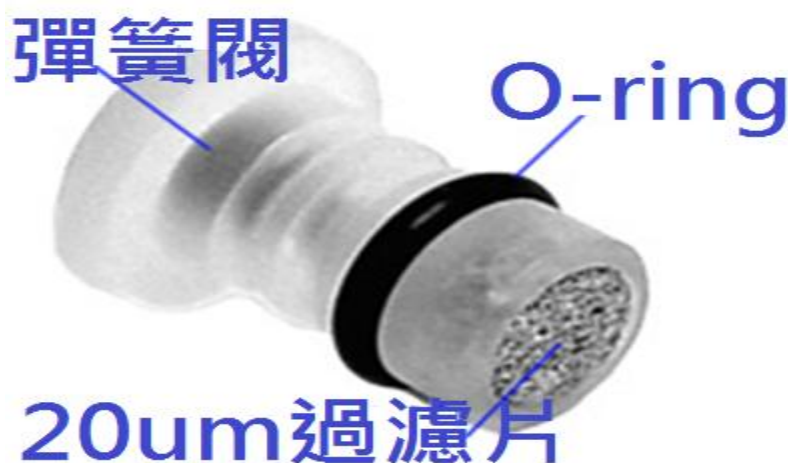
- ✓ 吸附力弱
- ✓ 對吸附氣體無選擇性，任何氣體可在吸附劑上吸附
- ✓ 多層吸附
- ✓ 可逆，樣品不會發生變化，可回收再利用
- ✓ 測定比表面積、平均孔徑和孔徑分布等



Seal Frit 氣密塞頭

*避免樣品管內發生溫度變化並影響氣體壓力

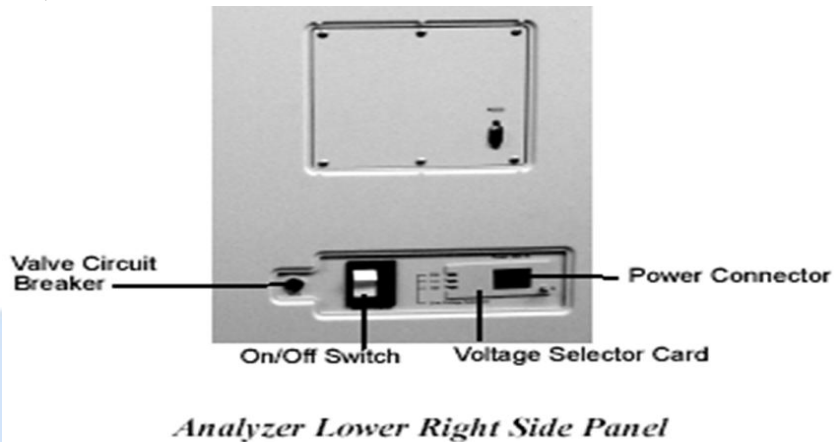
*分析站內置 $20\mu\text{m}$ 過濾片，防止樣品進入到儀器內部



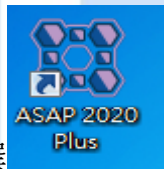
操作流程簡介

一、開機：

- 1、將儀器主機電源(1 個)及乾式幫浦電源(2 個)的開關按下並將儀器主機右側的電源鍵按 ON 的位置



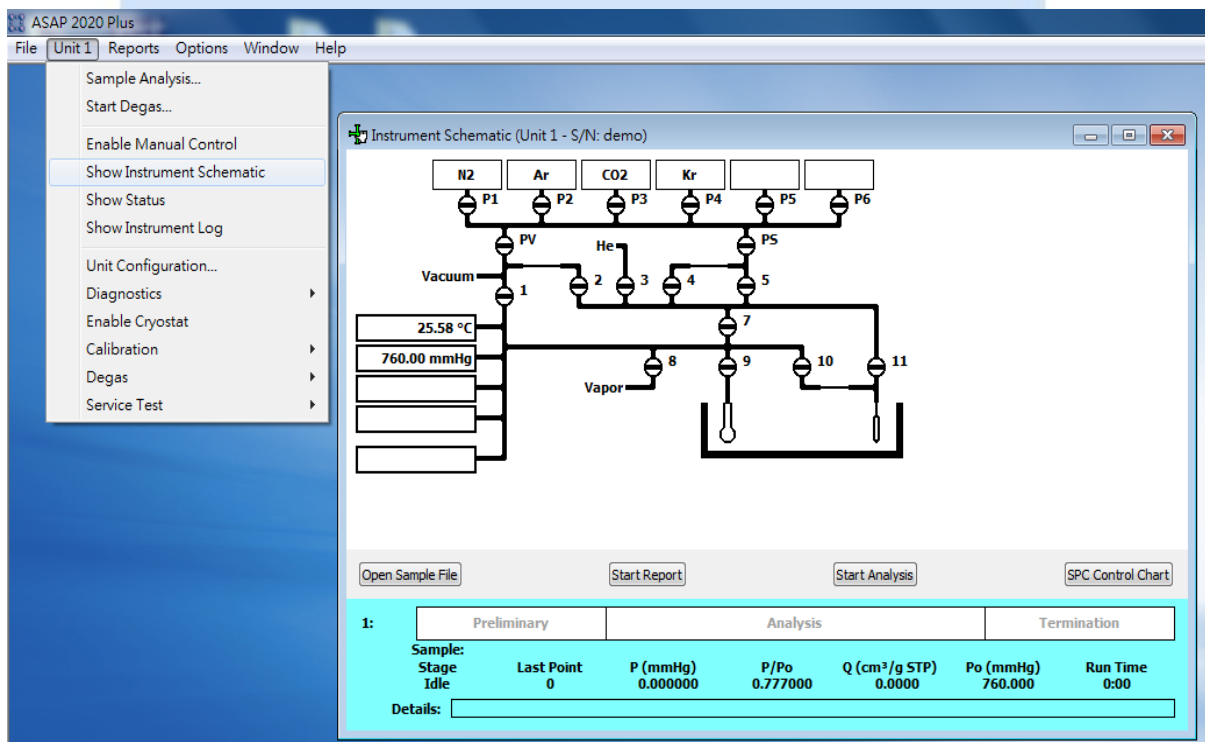
- 2、將 ASAP2020Plus 儀器連線用的電腦開機



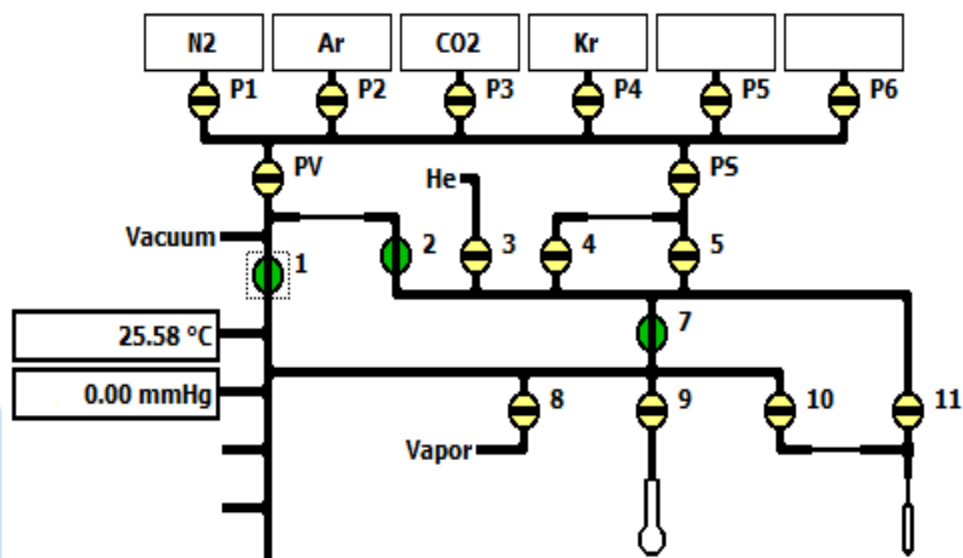
- 3、點選該圖進行軟體連線

- 4、點選軟體 Unit 1 裡面的 Show Instrument Schematic

- 5、此時出現的為 Analysis 管路圖如圖右邊視窗



- 6、點選 Unit 1 裡面的 Enable Manual Control，此時管路圖的控制閥件呈可控制狀態
- 7、開機或平時只能開 Valve 2 及 7，壓力小於 30mmHg 後開 valve 1



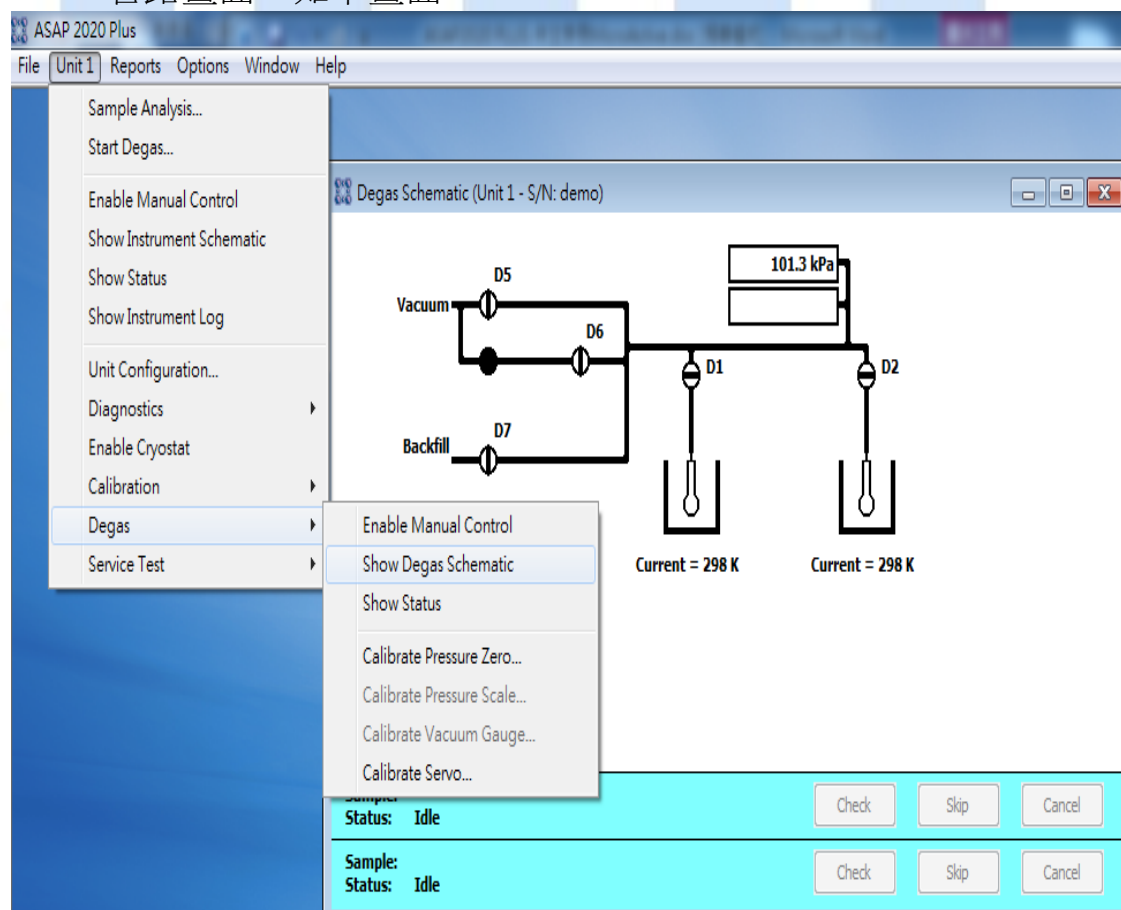
Valve options



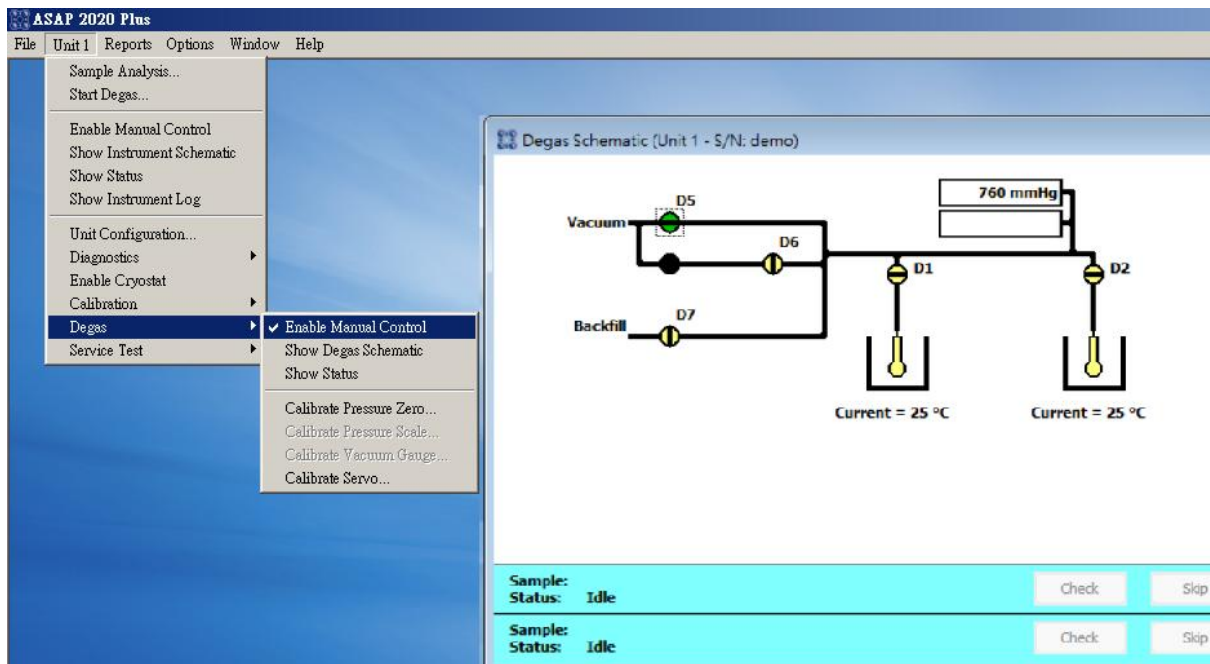
有出現此符號

表示可以控制閥開/關

- 8、點選 Unit 1 裡面的 Degas 裡的 Show Degas Schematic 出現 Degas 管路畫面。如下畫面：



- 9、點選 Unit 1 裡面的 Degas 裡的 Enable Manual Control 此時管路圖的控制閥件呈可控制狀態。



Open Valve. Green indicates an open valve.



Closed Valve. Yellow indicates a closed valve.



Servo Valve. Closed.



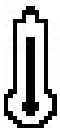
Servo Valve. Open.



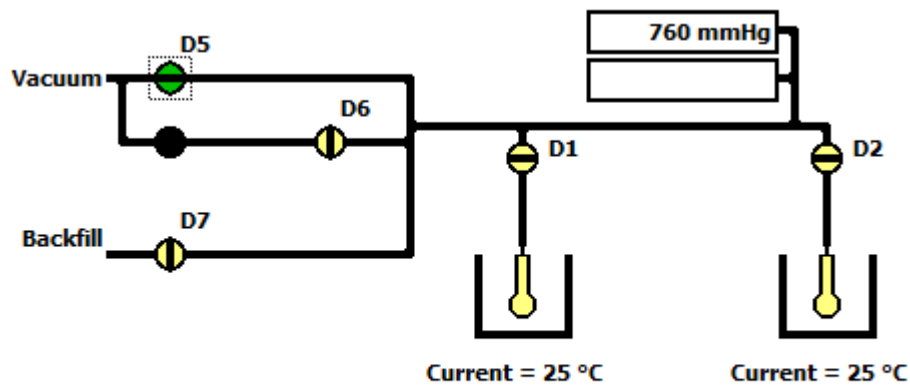
Physisorption Elevator.



Elevator options



Temperature control options



*Degas 端平時只能手動開 D5，維持良好真空環境!

*不使用手動功能後，務必再點選一次 **Enable Manual Control** 避免人為誤按!

13. 確認壓力計可以低於 1.0mmHg

14. 開 Turbo Pump, 開關在膠墊底下

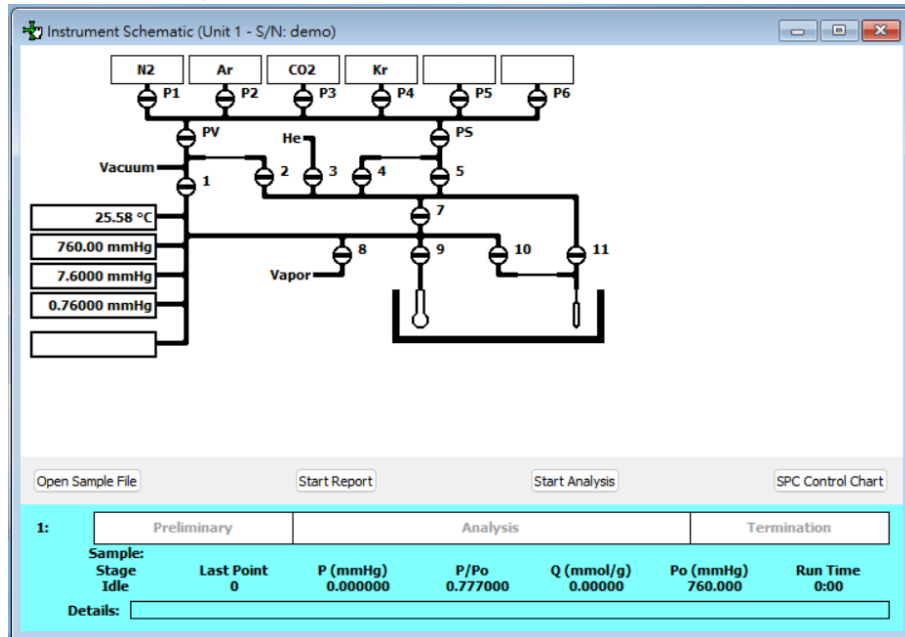


15. 平時待機時，系統須保持在良好性能的真空下，其分析端及除氣端真空數值皆可以低於 10micronHg 以下!

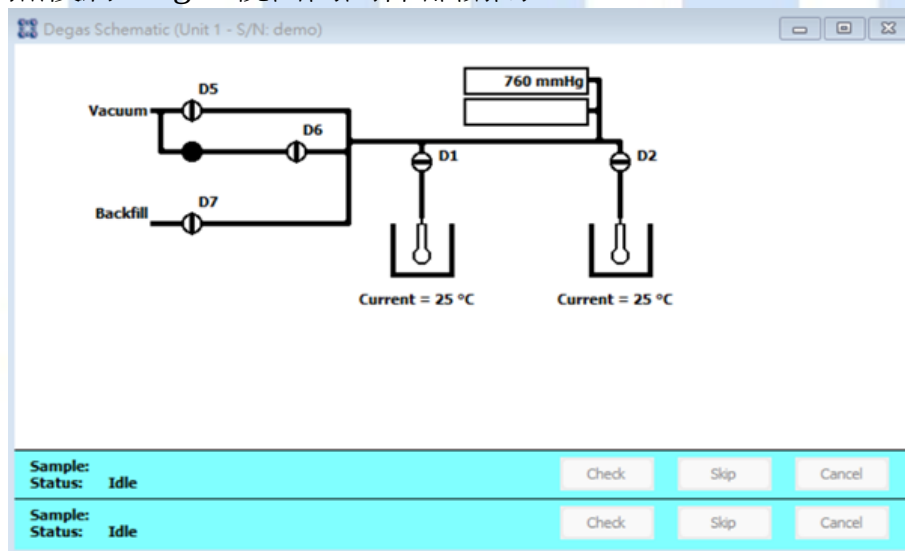
16. 開啟氣體(超高純氮氣及氮氣瓶的壓力輸出皆設於 10~20Psig 之間)

二、關機：

1. 確定儀器除氣端及分析端 Status 在 Idle 狀態下。
2. 將 Turbo Pump 先關閉(開關在膠墊底下)
3. 在 Unit1 裡面點選 Enable Manual Control
然後將 Analysis 視窗內閥件都關閉



4. 在 Unit1 裡面點選 Degas 的 Enable Manual Control
然後將 Degas 視窗內閥件都關閉

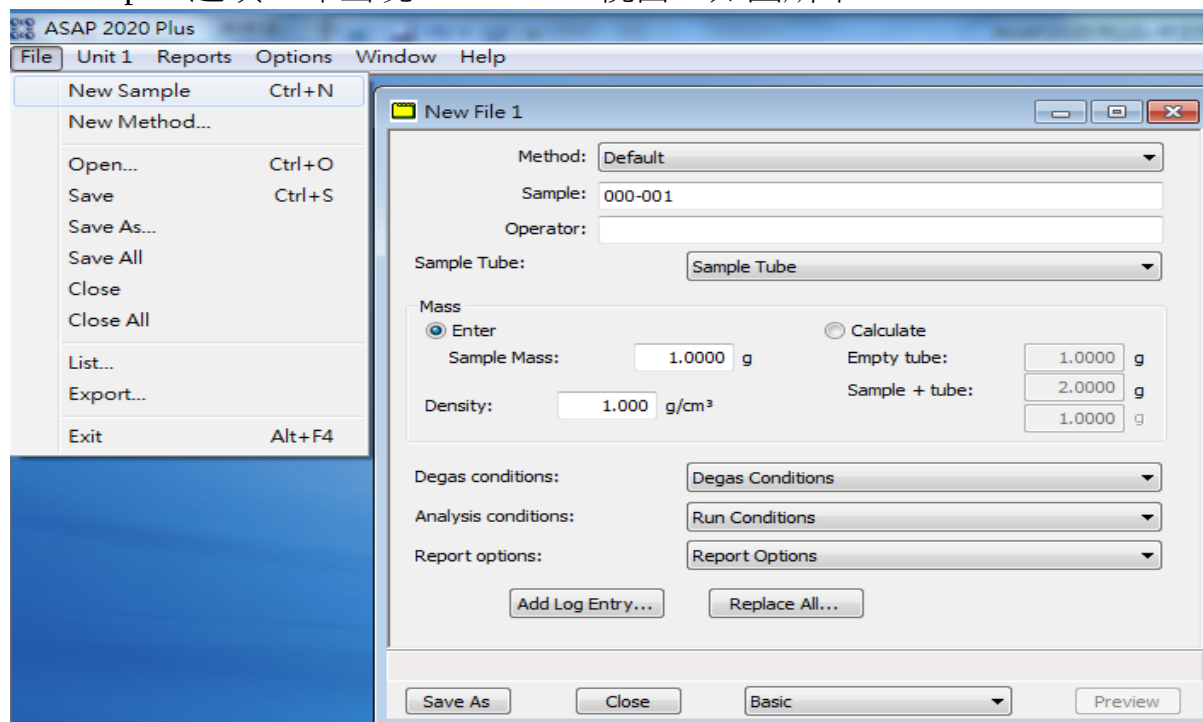


5. 關掉儀器軟體
6. 關閉電腦及螢幕
7. 關閉 Turbo Pump(杜瓦升降平台底下開關 1 個)
8. 等待 30 分鐘後
9. 關閉乾式幫浦(2 台)
10. 關閉 ASAP 2020 主機電源
11. 關閉氣體(超高純氦氣及氦氣瓶的壓力輸出皆設於 10~20Psi 之間)

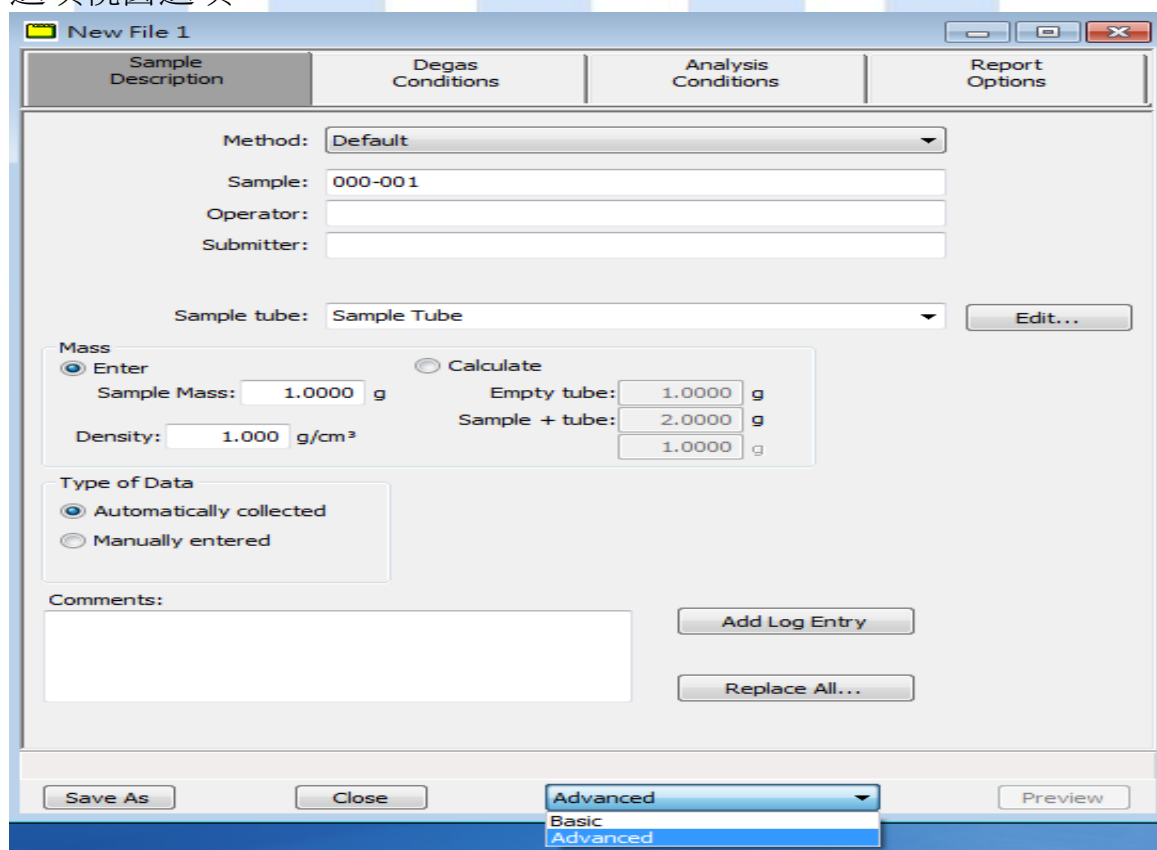
三、建立檔案及參數設定與修改：

當您要建立一個新檔案時，步驟如下：

1. 當 ASAP 200 軟體開啟後，點選 File 會出現一排卷軸，接著點選 New Sample 選項，即出現 New File 1 視窗，如圖所示：



2. 出現 New File 1 視窗後，請在 Sample 欄位中輸入您所要的檔名
3. 接著點選 Basic 會出現下拉是選單，點選 Advanced 這欄位會出現分析選項視窗選項



4. Sample Description

Sample：輸入檔案名稱 如：000-001 (附檔名為.SMP)

Operator：輸入操作人員

Submitter：輸入相關資訊，如：樣品名稱、種類、製造日期、特性、製程說明...等

Sample Tube: 點選 Edit 進入編輯後，可將 Use isothermal jacket(等溫夾套)打勾，Use filler rod(內管)及 Seal Frit(氣密塞頭)若用使用的話就打勾，此為記錄選項並不會影響數據，其他選項系統會進行量測，不需要做任何修改

The screenshot shows the 'New File 1' window with the 'Sample Description' tab selected. The 'Sample Tube' dialog box is open, showing the following fields and options:

- Method:** Default (dropdown)
- Sample:** 000-021 (text field)
- Operator:** (text field)
- Submitter:** (text field)
- Sample tube:** Sample Tube (dropdown)
- Mass:** Enter (radio button selected)
- Sample Mass:** (text field)
- Density:** 1 (text field)
- Type of Data:** Automatically (radio button selected)
- Comments:** (text area)
- Empty Tube Properties (for calculated free space):**
 - Warm free space: 1.0000 cm³
 - Cold free space: 1.0000 cm³
 - Non-ideality factor: 0.0000620
 - Load From Sample File... (button)
- Vacuum seal type:**
 - Use isothermal jacket (checked)
 - Use filler rod (checked)
 - None (radio button)
 - Seal Frit (radio button selected)
 - TranSeal (radio button)

Buttons at the bottom of the dialog include OK, Cancel, Save As, Close, Advanced (dropdown), and Preview.

Enter Sample Mass：輸入樣品除水氣後的淨重

Calculate：可以用此進行計算，輸入(空重+樣品)及空重後，在點選 Enter 鍵即計算完成樣品淨重，分析前務必妥善秤重，包含樣品管(空)+Seal Frit+內管全部總重，添加樣品進入樣品管時重量最好也記錄利觀察重量變化，當 Degas 完畢並進行複秤及相減數值後，可得樣品淨重。

Density：當 Type of Data 選擇 Automatically collected 時，系統會進行計算，故不需修改

Type of Data：建議選擇 Automatically collected

Comments：輸入註解

Replace All：選擇此項目時，表示利用以前做過的方法及條件套入此次樣品分析之檔案，所以會出現已完成設定的舊檔案。選擇之前做過的檔案並點選確認後，則以舊檔案的設定作為該檔案的設定
主要為方便使用者進行相同條件的測量，不需再進行條件設定

5. Degas 設定

A. Description：說明。

B. Degas Conditions：點選先前已設定好之參數檔作為現有設定。

*若一開始於建檔時有點選 Replace All 後續則不需要點選，若無，建議進行下列設定

以 Silica Alumina 標準品為例：用 90°C 除氣一小時，再用 350°C 除氣四小時。

C. Evacuation Phase group box：

這個群組可允許你檢查除氣過程中關於第一段抽真空方面的設定。

Evacuation Phase：第一階段除氣設定。

Temperature ramp rate：設定溫度上升速率，在第一段抽真空的過程中加溫時的昇降溫速率。

Target temperature：設定樣品除氣溫度，在第一段抽真空的過程中加溫時的目標溫度。

Evacuation rate：設定慢抽的抽氣率，在第一段抽真空的過程中所希望的抽氣速率。系統利用 Servo Valve 控制抽氣速率

*另外，為增加塞頭使用壽命及避免系統內部吸入粉末，粉末樣品一定要設定於 5mmHg/s 或以下

*不易受氣體流動而被真空吸力抽離的樣品，可設定最大值 30mmHg，反之則建議設定 5mmHg/s 以下

Unrestricted evac. from：當設定值到達時開啟 D5 進行最大抽真空能力。在第一段抽真空過程於 1 大氣壓，儀器使用時 **Evacuation rate** 設定之抽氣速率進行抽真空，當抽至 **Unrestricted evac. From** 設定值時，儀器將自動開啟 D5 閥以最大抽氣能力，對樣品管抽真空。

Vacuum setpoint：定義真空壓力點。在儀器用以上的條件抽真空至 **Vacuum setpoint** 設定值時，儀器將開始以 **Evacuation time** 倒數計算時間

Evacuation time：到達真空壓力後維持時間。在第一段溫度時，維持抽氣的時間。

Heating Phase group box:

這個群組可允許你設定/檢查除氣過程中關於加熱方面的設定

Heating Phase：第二階段除氣設定

Ramp rate：設定溫度上升速率。在第二段加熱的過程中加溫時的升降溫速率

Hold temp：設定樣品除氣溫度。在第二段加熱的過程中，樣品可接受的最高溫度

Hold time：除氣時間設定。在第二段加熱的過程中到達 **Hold temp** 後，所保持的時間。

Evacuation and Heating Phases：**Hold pressure**,

如果在第一段溫度上升到第二段的過程中，壓力因溫度的上升而達到所設定值時，加溫的動作將會暫停，直到壓力下降回安全的範圍

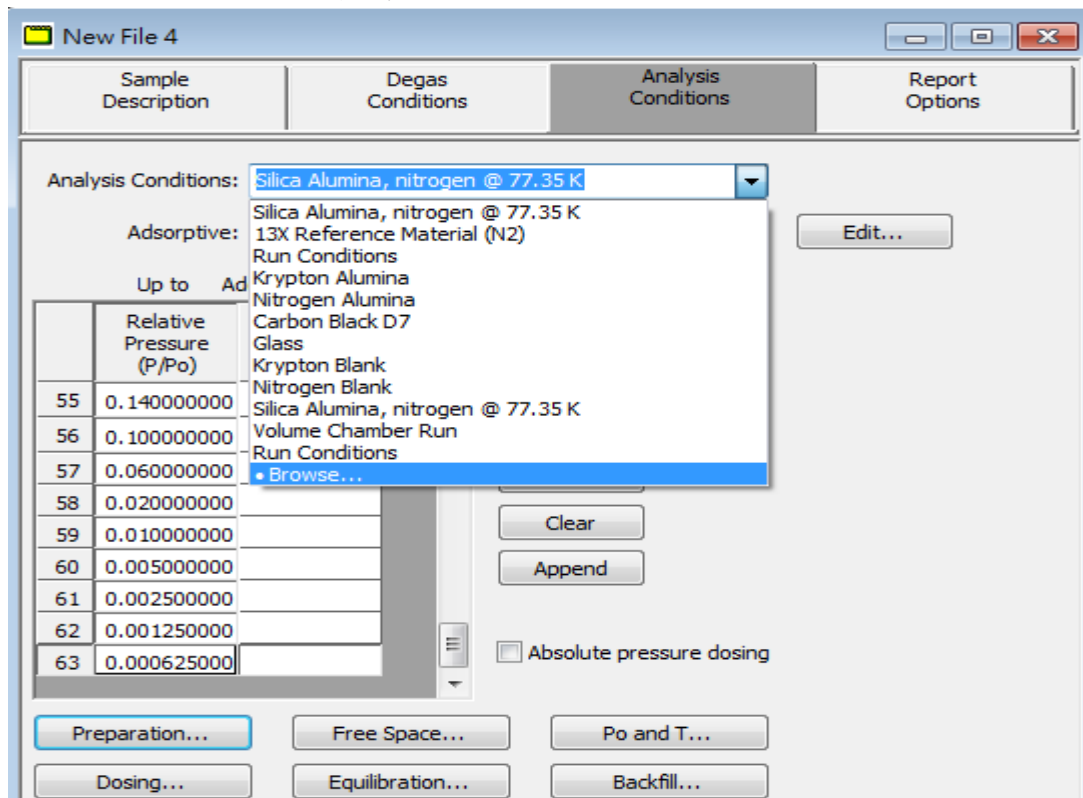
Backfill sample tube：一定要勾，完成 **Degas** 後，充填氮氣到樣品管內，選擇此項目時，儀器在完成 **degas** 時，將會回填 **backfill N2** 氣體

***注意事項:**

樣品為粉末:**Evacuation rate** 及 **Unrestricted evac. From** 建議皆為 5mmHg

micromeritics®

6. Analysis Conditions 設定，可直接選樣品種類進行分析
點選 Silica Alumina 標準品為例



Adsorptive:有安裝的氣體選項才能選，一般為氮氣/液氮溫

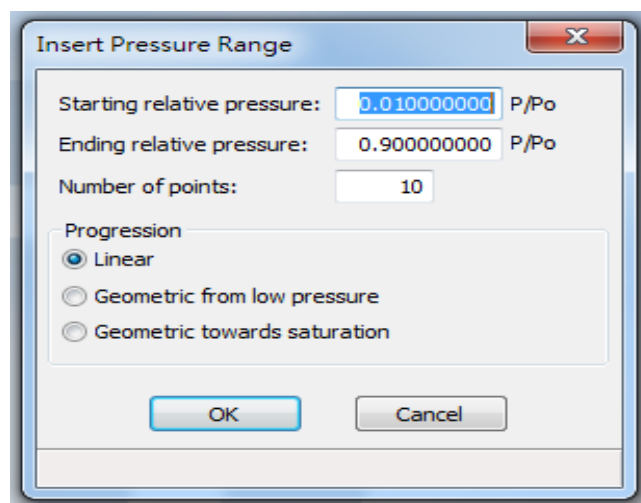
A. Insert Range：設定測量點

1. Starting relative pressure：起始測量點（0.00000001 P/Po 開始）
2. Ending relative pressure：結束測量點（0.995 P/Po 結束）
3. Number of points：起始點到結束點間的取點數
4. Progression：取點方式選項。

有 Linear（線性）

Geometric from low pressure（由低壓開始使用幾何級數取點）、

Geometric towards saturation（由接近飽和蒸氣壓點開始使用幾何級數取點）此功能可允許你選擇起始的分壓點(P/Po),結束的分壓點(P/Po)及兩點間所需要的分壓點數,並可以選擇以取線性或成幾何級數增加的方式產生分壓點(P/Po)



- B. Insert：插入增加測量點
- C. Delete：刪除測量點
- D. Clear：清除所有已選擇建立的測量點
- E. Absolute pressure dosing：絕對壓力取點
- F. Add a point Every：增加取點選項，在兩壓力間，設定欲增加的壓力而增加取點範圍

	Relative Pressure (P/Po)	Relative Pressure (P/Po)
1	0.050000000	
2	0.112500000	
3	0.175000000	
4	0.237500000	
5	0.300000000	

Buttons: Insert Range..., Insert, Delete, Clear, Append

☐ Absolute pressure dosing

G. Preparation：

Preparation Options

☐ Fast evacuation

Unrestricted evac. from: 5.0 mmHg

Vacuum setpoint: 10 µmHg

Evacuation time: 0.50 hours

☐ Leak test

Leak test duration: 120 s

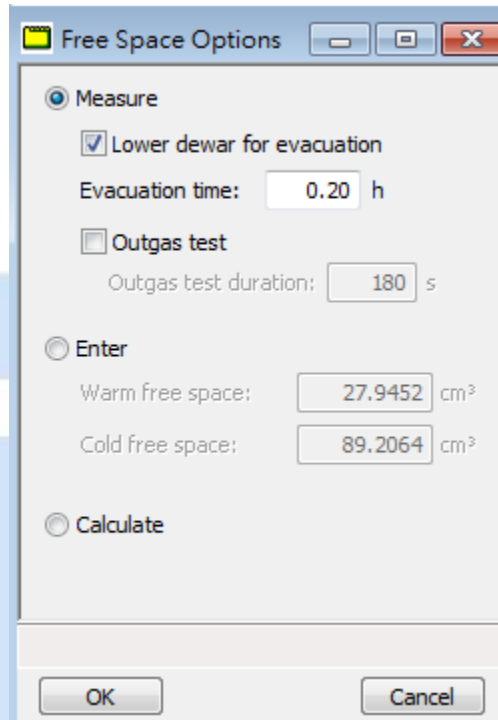
☐ Use TranSeal

Buttons: OK, Cancel

1. Fast evacuation：若樣品不為粉末時，勾選可直接進行快抽。
2. Unrestricted evac. from：若不選擇 Fast evacuation 時，當壓力到達限制數值時，幫浦才切換為快抽模式。
3. Vacuum setpoint：設定真空數值，一般而言到達 10µmHg 時，定義為已達真空狀態。
4. Evacuation time：設定容許的抽氣時間。

5. Leak test：勾選後代表在設定時間抵達時，將閥件全部關上並進行洩漏率測試。(不勾選)
6. Leak test duration：系統測漏時，設定測漏時系統內的穩定平衡時間。
7. Use TranSeal：此為選配特殊套件，標配為 Seal Frit！(不勾選)

H. Free Space：



1. Measure：點選，儀器將自動量測 Free-space 值，大部分的實驗都需勾選 Measure
2. Lower dewar for evacuation：完成 Free-space 的測量之後，降下 Dewar 點選此功能，儀器將在偵測 free-space 後，降下 Dewar 抽除 free-space 偵測氣體(He)，依照所設定的 Evacuation time 進行抽真空，時間到達時，杜瓦升降平台再度上升進行量測
3. Evacuation time：抽真空時間
4. Outgas test：勾選，則進行溢氣測試(不勾選)
5. Outgas test duration：設定溢氣測試時間
6. Enter：平時不點選，Enter 此功能選項為讓你可以輸入 Warm and Cold Free spaces 值，可能會使用到的時機為，受測樣品易吸附氦氣及受測壓力在極低壓範圍時所造成的影響。先使用 Measure 量測到 Warm and Cold Free spaces 值及比表與得到吸附量後，在新增樣品檔案一次，將 Warm and Cold Free spaces 值輸入 Enter 後，再進行除氣一次及設定進行更多取點範圍/Dose 模式設定之後續研究與分析
7. Warm free space：常溫下的自由空間
8. Cold free space：液態氮溫度下的自由空間

I. Po and T... :

Po and Temperature Options

Po Options

- ☐ Measure Po in the Po tube for each isotherm point.
- ☒ Measure Po at intervals during analysis.
Measurement interval: 120 min
- ☐ Measure Psat of the gas specified below. Calculate Po of the adsorptive from the measured Psat.
Psat gas: Nitrogen @ 77.35 K N2
Psat vs. T... Pressure range: 600.193 to 903.122
Temperature range: -197.750 to -194.300 °
- ☐ Calculate Po from the analysis temperature.
- ☐ Enter Po.
Po: 740.000 mmHg

Analysis Temperature Options

- ☒ Enter the analysis temperature.
Analysis temperature: -195.800 °C
- ☐ Calculate the analysis temperature from Po or Psat.

OK Cancel

此功能選項,可讓你選取合適的 飽和蒸汽壓(Po)取得方式與分析 Dewar P0 以及 T 可選擇以 Entered 或 Calculate 的方式求取,當你選擇 Measure 時,系統將每隔 Measurement interval 的時間去測量 P0, 一般設 120mins. 絕大部分應用,請選擇 2 或 5

micromeritics®

J. Dosing...

Dosing Options

☐ First pressure fixed dose: 1.0000 cm³/g STP

☒ Maximum volume increment: 20.00000 cm³/g STP

Absolute pressure tolerance: 5.000 mmHg

Relative pressure tolerance: 5.0 %

☒ Low Pressure incremental dose mode

Dose amount: 5.0000 cm³/g STP

Equilibration Delay

Minimum: 0.00 h

Maximum: 999.00 h

Maximum number of decants: 6

Enter a value between 0.0100 and 50.0000.

OK Cancel

1. First Pressure Fixed Dose：勾選時，設定起始的固定壓力輸入氣體量。

2. Maximum volume increment：勾選時，設定最大的增加氣體量。

*此功能使用時機，當你有一系列同樣的樣品，且使用標準的氮氣分析模式，偵測此樣品的 mesoporous 區域時，你可以勾選此功能，加速分析時間，此樣品必須為重複分析過的樣品

3. Absolute pressure tolerance：絕對壓力的容許範圍設定

4. Relative pressure tolerance：相對壓力的容許範圍設定。

*系統計算欲產生的壓力之相對及絕對誤差值，若目前的壓力和欲產生之壓力差值，落在較接近之 tolerance 一者時，則開始進行 Equilibration interval 的動作

5. Low Pressure incremental dose mode：低壓增量投氣模式，此功能需配合 MicroPore option. 當你需要分析微孔材料時，才需要勾選此功能

6. Dose amount：設定每多少投氣量取一點

*選用此功能時，儀器將以定量的 N₂ 氣體吸附於樣品上，直到分壓點(P/P₀)到達 pressure table 上的第一點分壓，通常最小分壓點為 0.01 (P/P₀)，在到達後此功能則自動解除

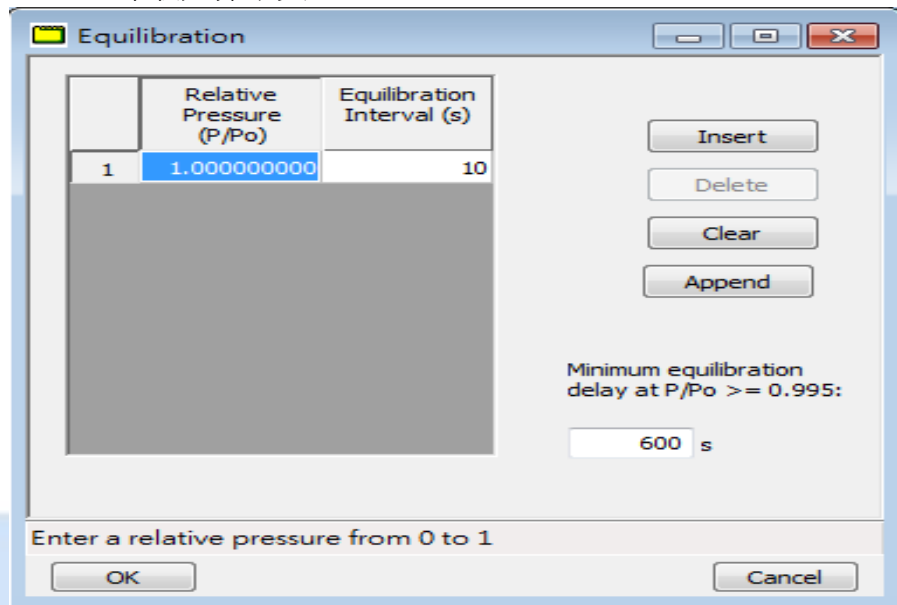
7. Equilibration Delay：平衡延遲

8. Minimum：最小時間

9. Maximum：最大時間

10. Maximum number of decants: 常設 6 (0~6)

K. Equilibration：平衡時間設定



1. Equilibration interval：設定平衡時間條件。

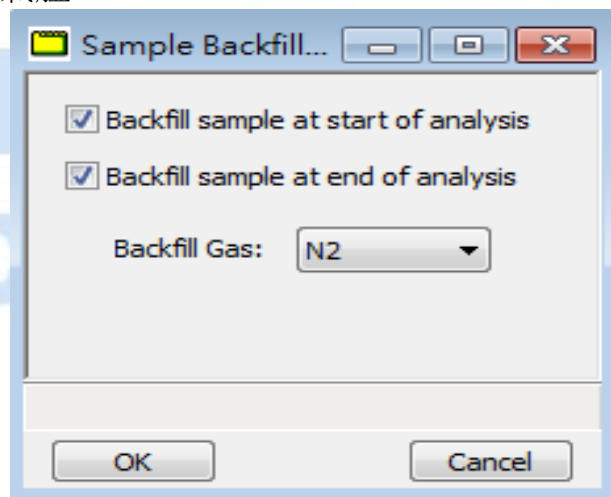
如果設定為 10sec 則為在 10sec 內測量取點的壓力都沒有變動的話，則認定已達到動態平衡。

*系統觀察輸入的時間內壓力平衡的狀態，決定現在壓力是否可做為 Pressure Table 所指定的測量點

2. Minimum equilibration delay at $P/P_o \geq 0.995$ ：

當 P/P_o 大於 0.995 時，平衡時間最少要延長的時間，超過此時間系統認定為無法平衡。

L. Backfill：回填氣體



1. Backfill sample at start of analysis：開始分析時充填氣體進入樣品管內。

2. Backfill sample at end of analysis：結束分析時充填氣體進入樣品管內。

3. Backfill Gas：選擇充填氣體的種類。（一般都使用 N2）

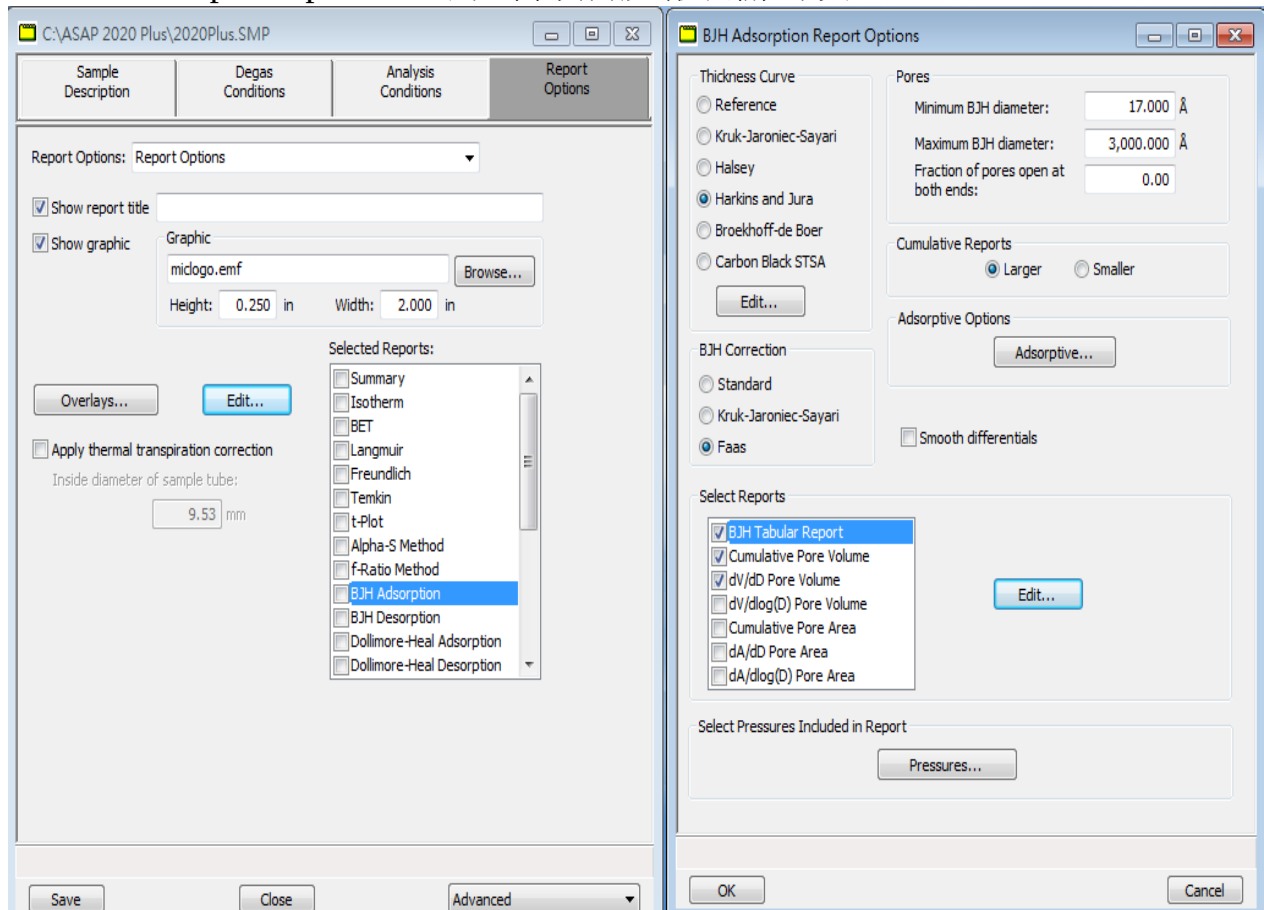
*決定在 Analysis 前及 Analysis 後，是否要 Backfill 氣體，以及使用何種氣體做回填的動作，若在 Analysis 前後均決定不 Backfill Gas，則可能會損壞主機或樣品管

M. Adsorptive Properties：吸附氣體資訊。

按右上 Edit 鍵進入 Analysis Adsorptive Properties 畫面，此項目為已知的氣體常數，目前本儀器僅提供 Nitrogen，此畫面之參數請使用系統 Default 值如下圖：(皆不可以任意更改)!

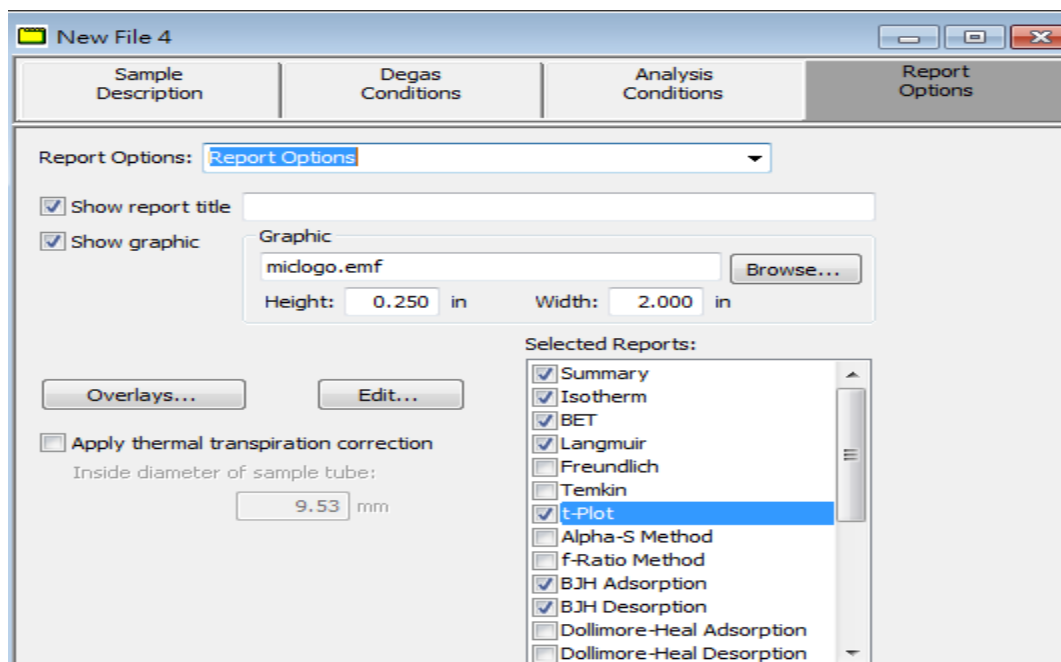
1. Adsorptive ID：吸附註解;或者可選擇 Replace 選取已建立好 Adsorptive properties file (*.ADP).
2. Mnemonic：氣體名稱
3. Maximum manifold pressure：在 Manifold 內允許的最大壓力
4. Non-ideality factor：氣體分子拉力係數
5. Density conversion factor：密度轉換係數
6. Therm. Tran. Hardsphere diameter：熱揮發粒徑大小
7. Molecular cross-sectional area：分子截面積大小
8. Dosing Method：一般選擇 Normal 即可，其餘為選配
9. Psat vs. T：選取此項可編輯 Saturation Pressure 對 Temperature 的關係，最少需要 2 點，最多可編輯 10 點

5、 Report Options：欲分析項目及報表輸出設定

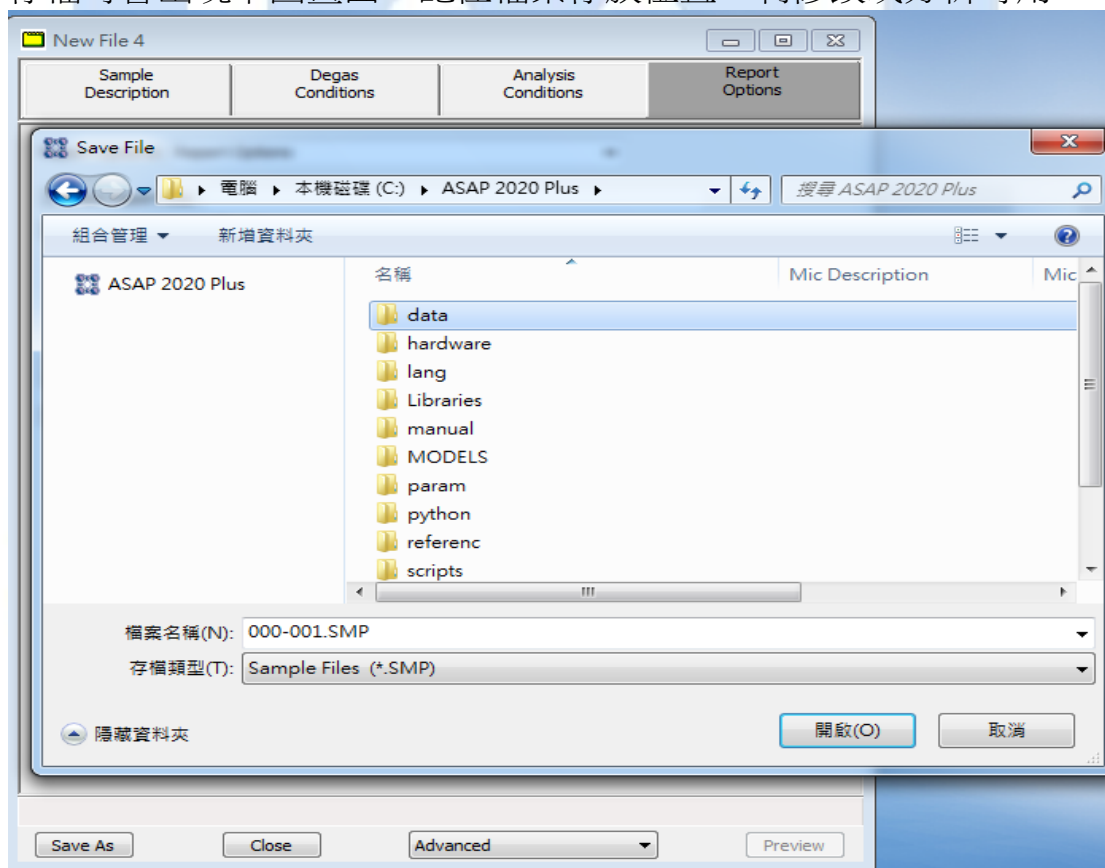


1. Reports：選用已經完成建立的報表選項。有：BJHAds、BJHDes、Full、Surf、t-Plot 等原廠建立的報表格式可供選擇。
2. Show report title：輸入報表標題，勾選就可以在報表上看到。
3. Show graphic：將圖形輸出成圖形檔案 (*.BMP...)
4. Selected Reports：選擇欲輸出、觀看、使用的報表格式。
5. Edit：針對所選的報表格式進行編輯以及設定。
6. Apply thermal transpiration correction: 測微孔樣品則打勾

N. 選擇完畢後，按 **Save As** 將樣品命名及存檔

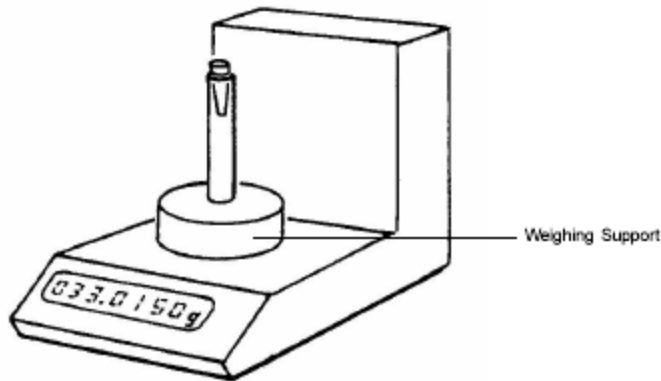


存檔時會出現下圖畫面，記住檔案存放位置，利修改或分析時用

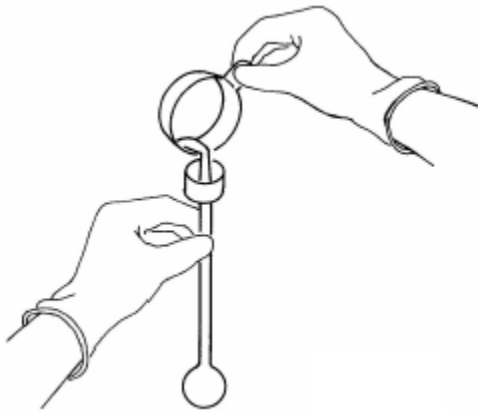


四、 樣品除氣與分析：

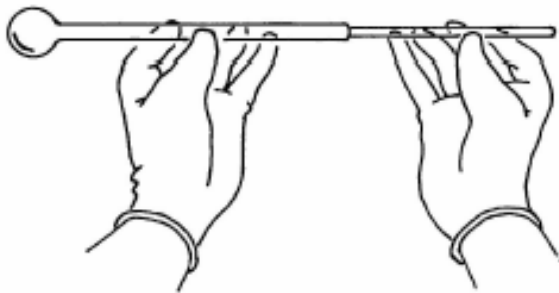
1. 首先您已事先建立好的檔案
2. 樣品除氣 **Degas**：Auto 方式進行【由軟體進行設定，自動控制】
3. 先秤待測樣品管空重。(請勿使用濕氣重的空 Tube，以減少水氣影響增加精確度)
4. 空重:空管+氣密塞頭+內管
5. 樣品最好先利用烘箱進行前處理將多餘水分移除
6. 裝入適量的分析 **Sample**，避免重量誤差（請將重量誤差控制至少在小數點後 3 位數以內），利用支撐座可讓樣品管站立於天平上穩定秤重



7. 將 **Sample** 放入樣品管內，若樣品為粉末可利用長型玻璃漏斗



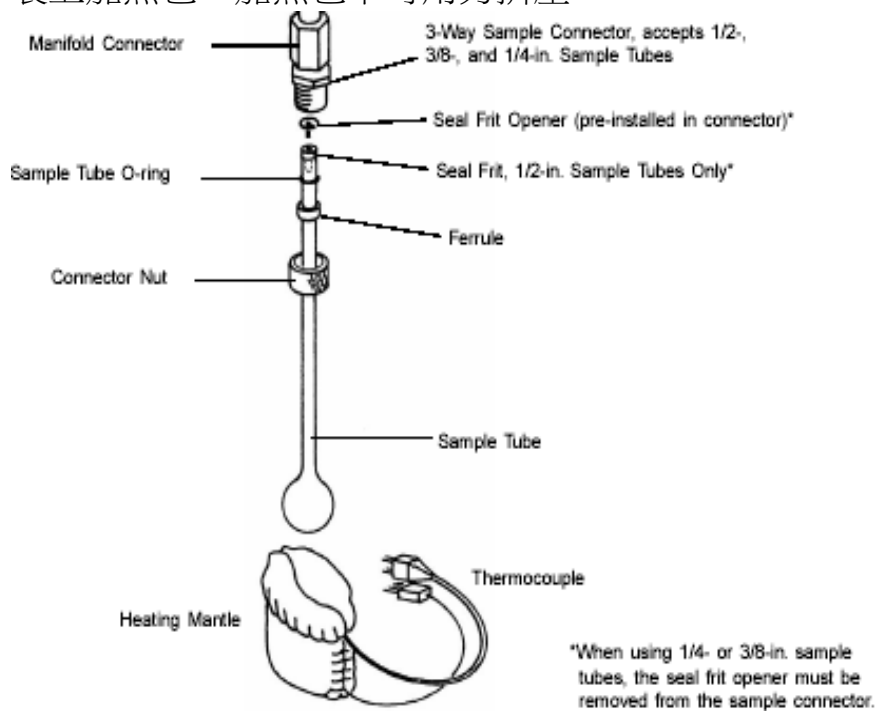
8. 秤完重量後將內管以平行方式放回樣品管中示意圖如下：



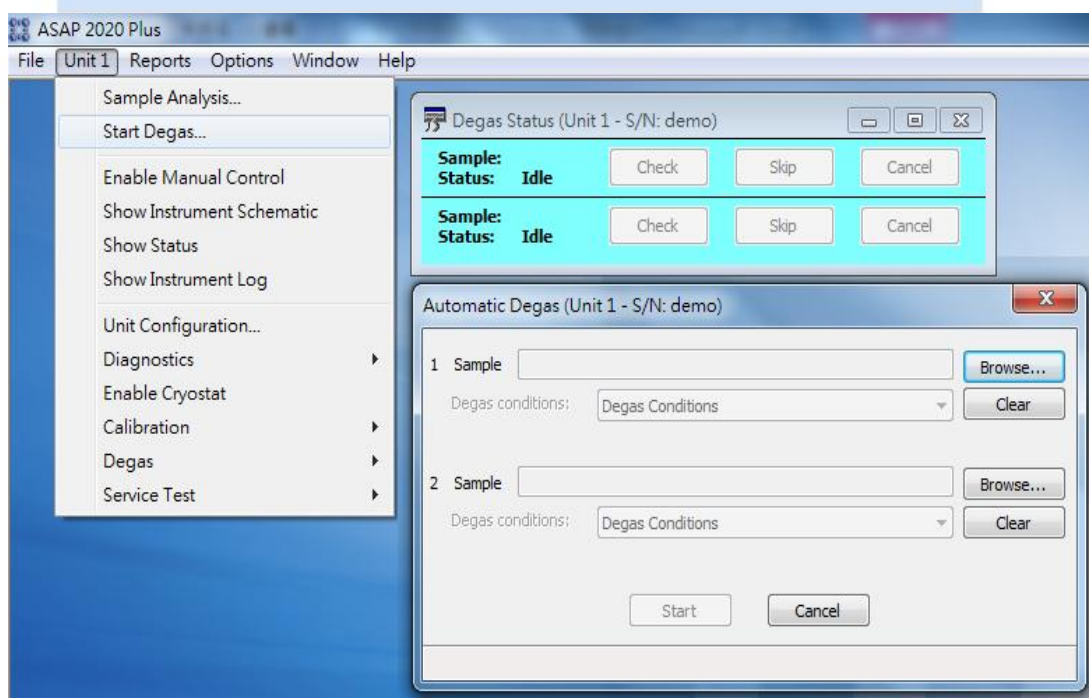
9. 當內管裝入後在將氣密塞頭塞上，氣密塞頭不可以用水洗，平時收好在乾淨的容器中存放即可
10. 氣密塞頭有三個環，1/2-IN 原廠標準樣品管使用時為利用最下面那一個

環並套上 O 型環，除了可保持氣密性，亦避免樣品接觸空氣或水氣

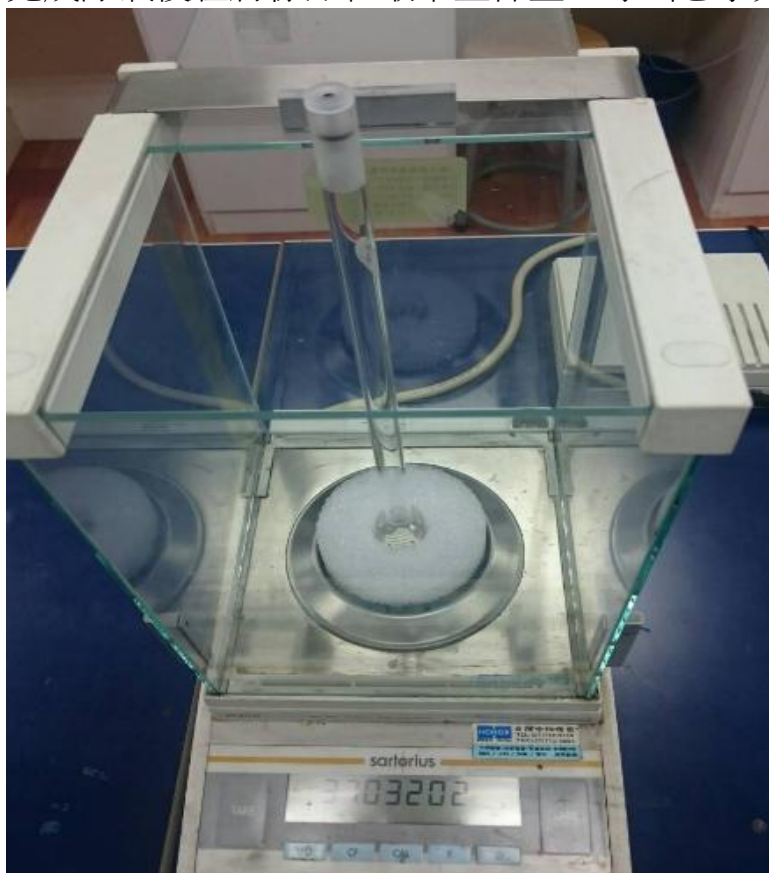
11. 將樣品管裝置在機台左邊的 Degas Port 上，請垂直將樣品管裝上 Degas Port 上，完成安裝後輕輕下拉樣品管，以確定是否安裝妥當。（當操作人員面對機台時，左邊是 Port 1，右邊是 Port 2）
12. 裝上加熱包，加熱包不可用力擠壓



13. 樣品管裝妥受，點選軟體由 Unit 1 點選裡面的 Star Degas 選項，進行除氣將樣品表面及孔洞裡的水分移除
14. 依照樣品管裝設的 port 來選擇開啟 Degas 檔的位置，按下 Browse..出現如下畫面，進行檔案選擇。完成選擇後按下 OK。
15. 當系統完成 Degas 後，會出現 Degas on XXX.SMP completed 畫面。



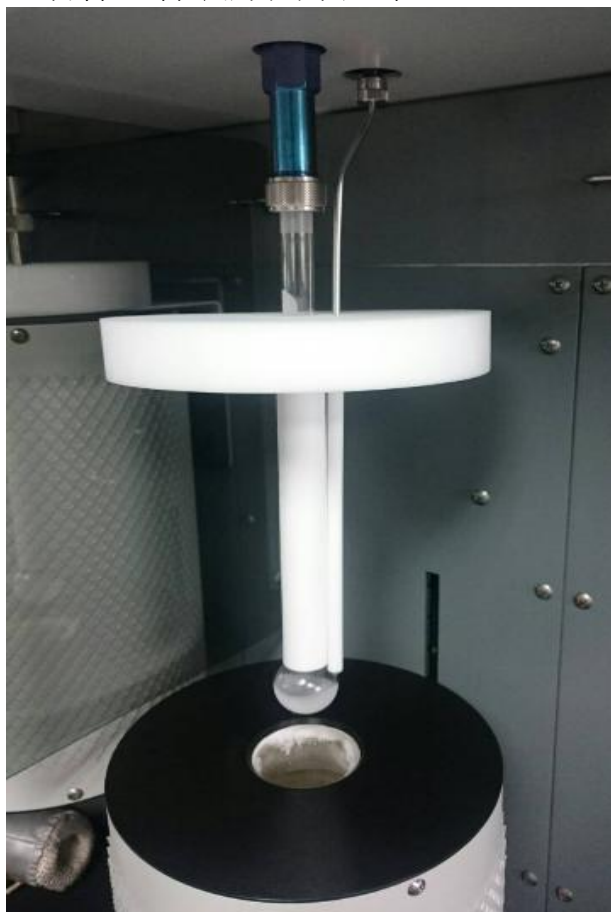
16. 當系統完成 Degas 後，會出現 Degas on XXX.SMP completed 畫面
17. Degas 完畢後，底下 Status 在 Idel 狀態下，才可取下樣品管
18. 完成除氣後在將樣品管取下並秤重，呼叫您事先建立好的檔案並修改



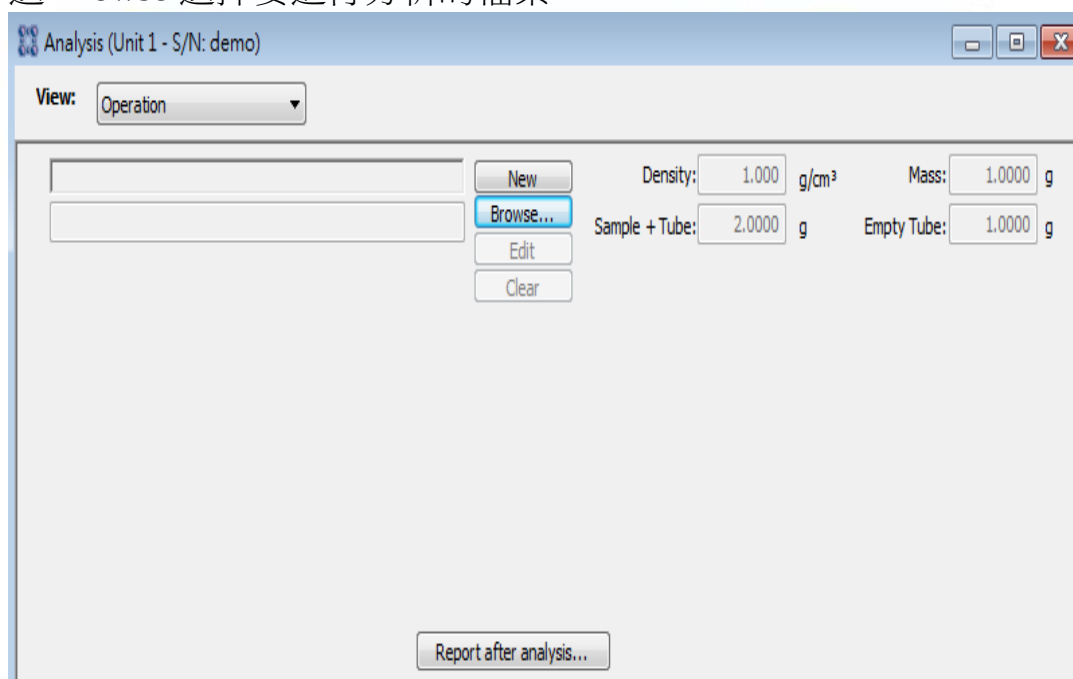
19. 加熱包小心取下後，將樣品管移至分析端口並套上等溫夾克，並將 P0 管緊貼樣品管，圖示如下:



20. 並將保溫棉裝好圖示如下:



21. PO 管一定要緊貼樣品管，及樣品口不可有結冰冰塊，若有則倒空瓶內液氮及恢復至室溫，沒有冰塊後才能填充新液氮，完成後並將保溫棉及外罩蓋上
22. 呼叫您已事先建立好的檔案，重量等分析資訊都確認後，由 Unit 1 點選 Sample Analysis
23. 選 Browse 選擇要進行分析的檔案：

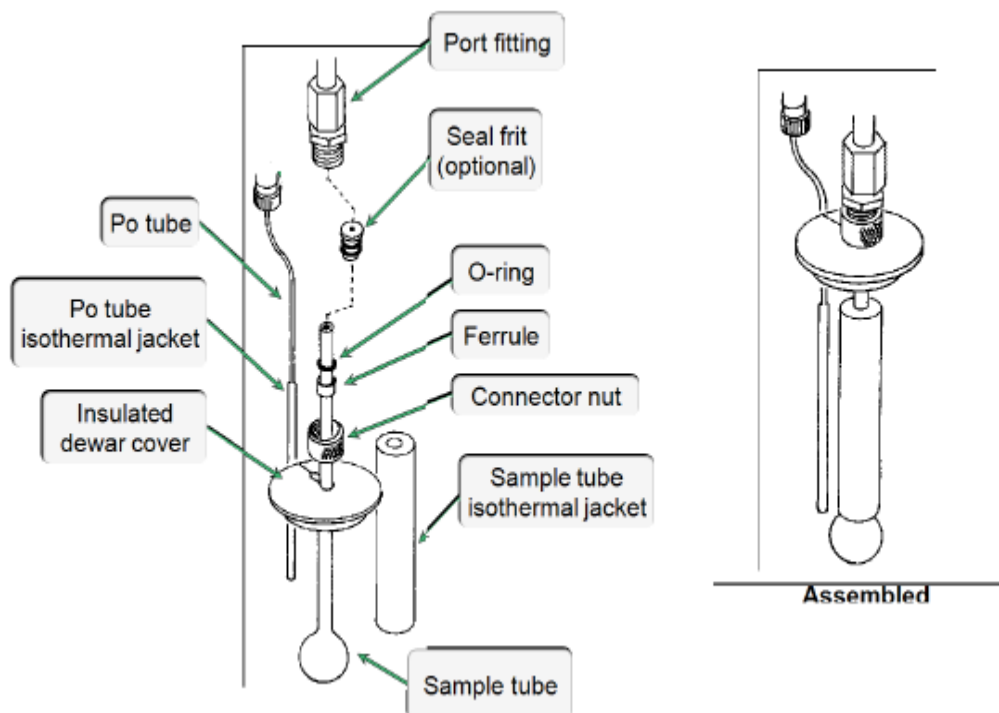


24. 按下 Start，系統開始進行 Sample 分析如下：



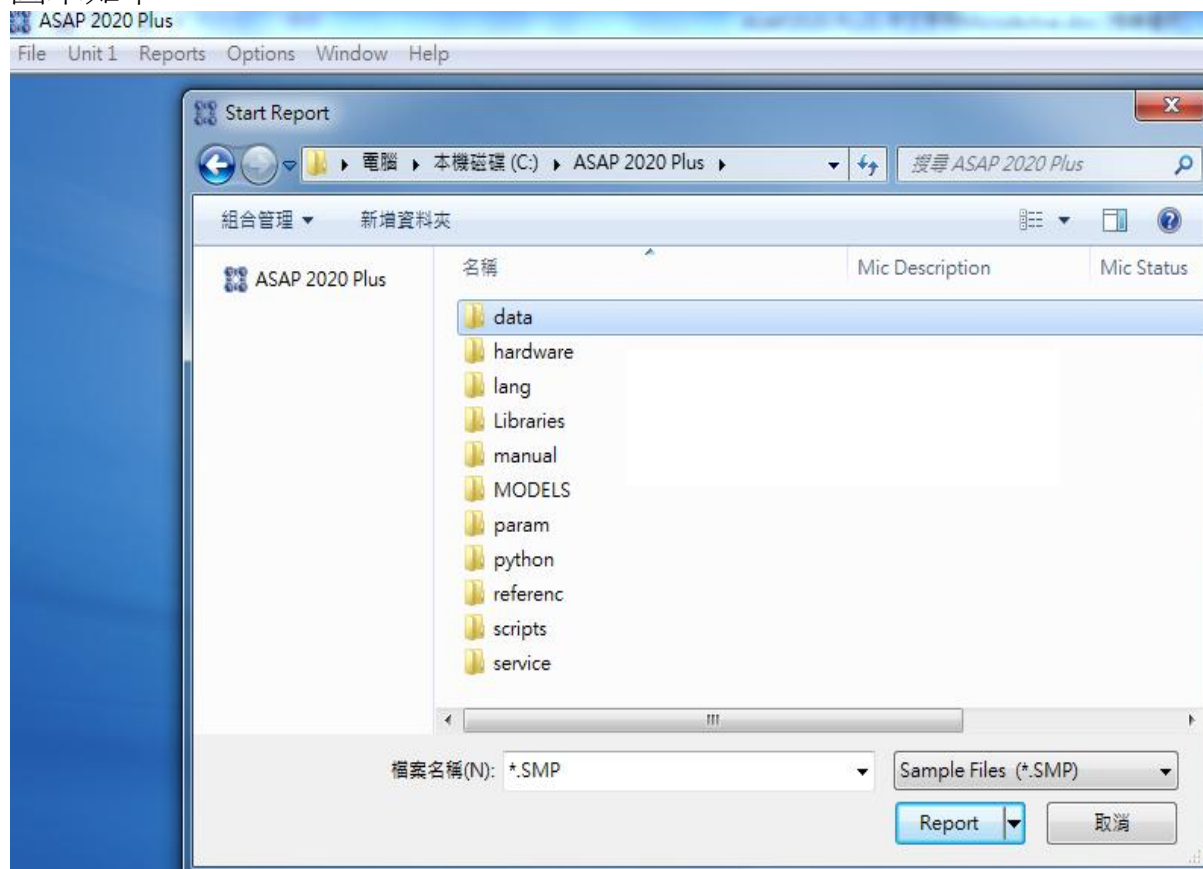
25. 分析完畢後，確定儀器分析端 Status 在 Idel 狀態下，才可取下樣品管

26. 組件分解

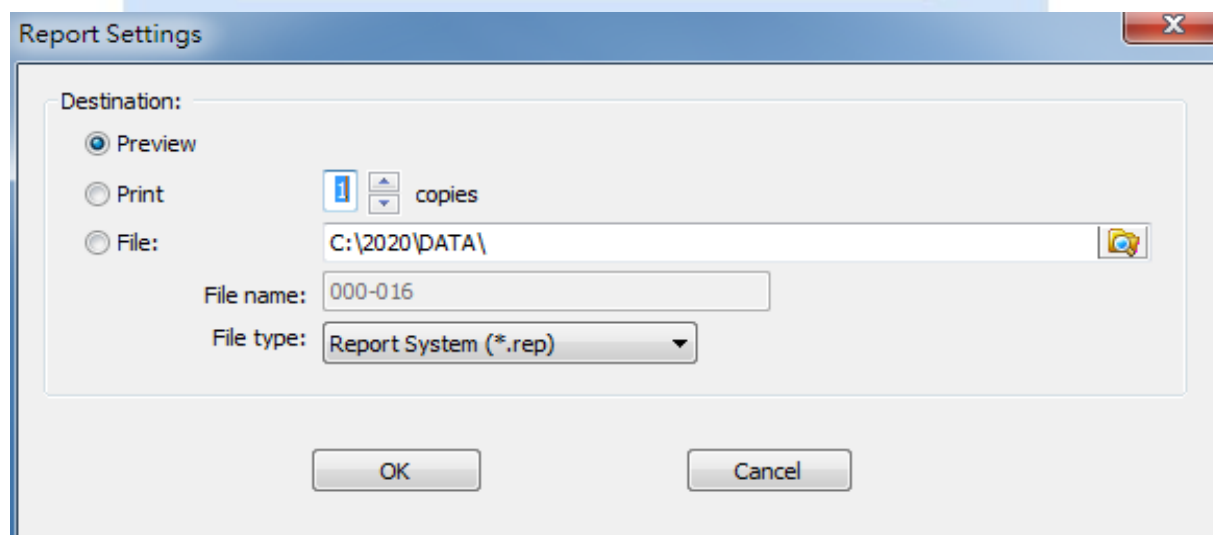


五、完成分析測量檔案報告及輸出：

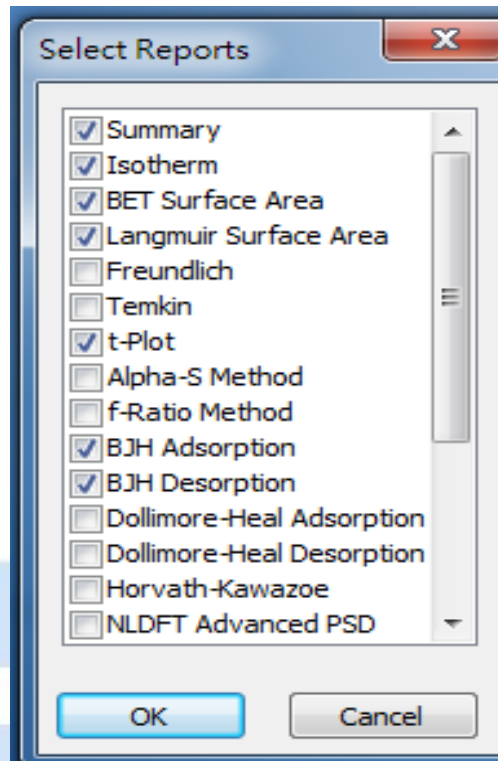
A.首先，開啟 Reports 的 Start report。呼叫您事先建立好的檔案並選擇開啟圖示如下



在 Destination 通常挑選 Preview



出現下圖，挑選需要的報表內容：



選定後按下 OK！就可以看到所挑選的檔案報告了！

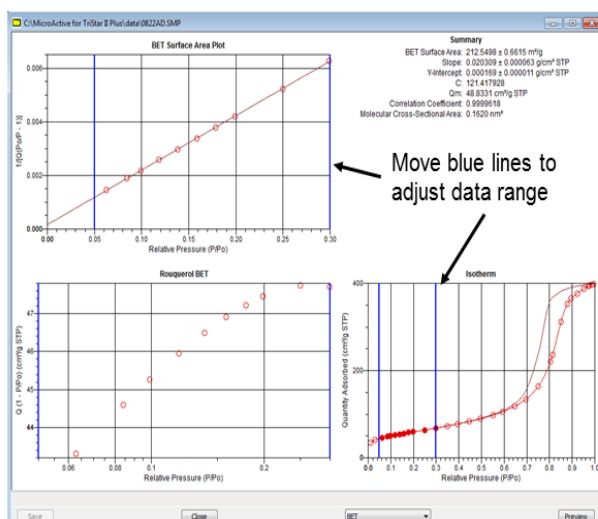
主要：

1. 點擊“Reports”→“Start Reports”，按兩下文件，即可查看實驗報告。
2. 點擊“Save as”，根據需要可以將檔另存為 Excel 表格（.xlsx）格式或者文本（.txt）格式。

B.樣品選點修改(應用):

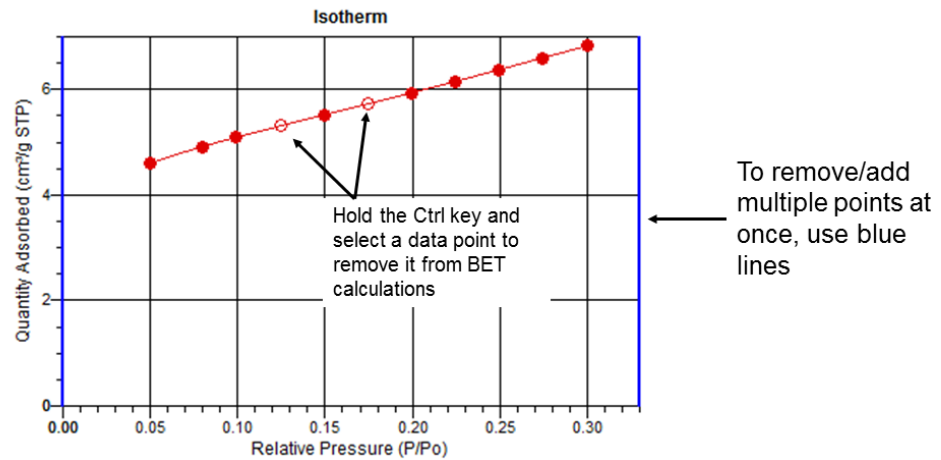
- 1)呼叫您分析完成的的檔案並開啟(點選軟體 File 出現卷軸後→點選 Open)
- 2)可以進行數據修改如下(例如 BET)

BET Surface Area

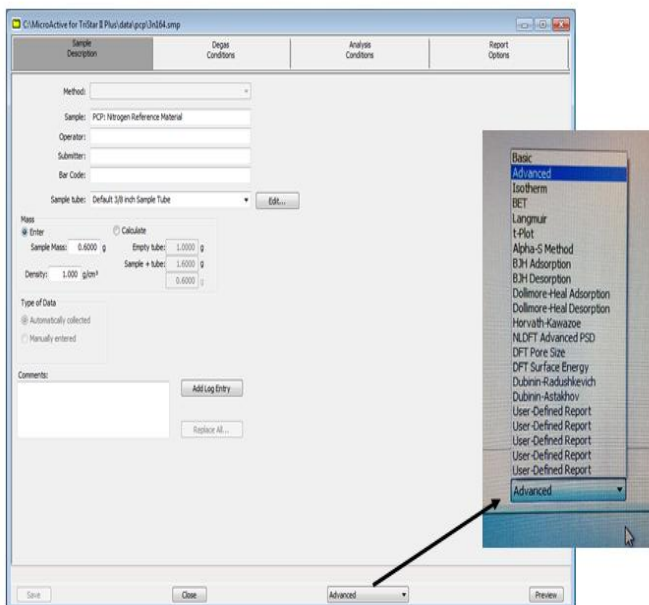


- Direct manipulation of BET data
- Ability to see real time changes in BET surface area as you manipulate data
- Shows full isotherm data with BET range highlighted
- Ability to adjust BET range from any of the 3 plots shown

BET Surface Area



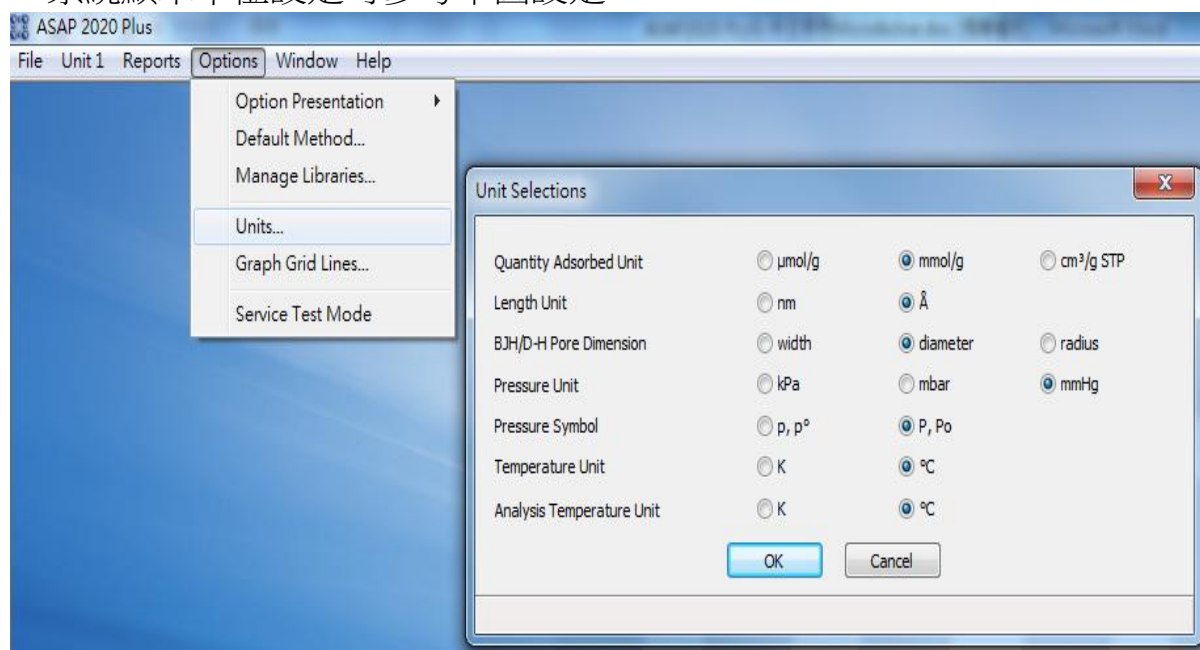
MicroActive SMP Files - Physisorption



- Advanced tab shows old software view of smp file
- Pop-up menu options located at bottom of smp file
 - Surface Area calculations
 - Pore size/volume calculations
 - User-Defined Reports
 - Create reports tailored to show specific, sought calculations according to customer needs

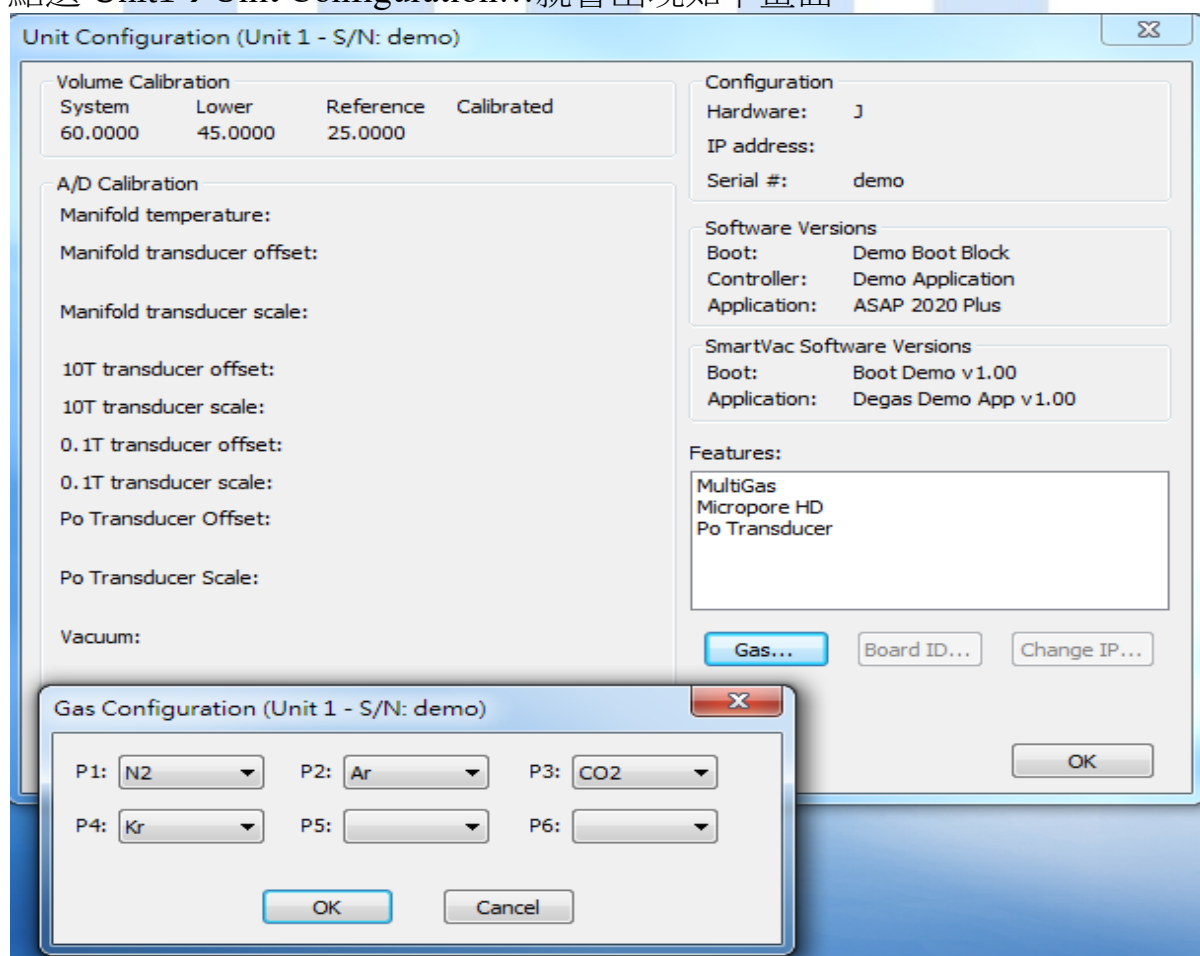
五、補充項目：

A.系統顯示單位設定可參考下圖設定



B.氣體設定

點選 Unit1→Unit Configuration...就會出現如下畫面：



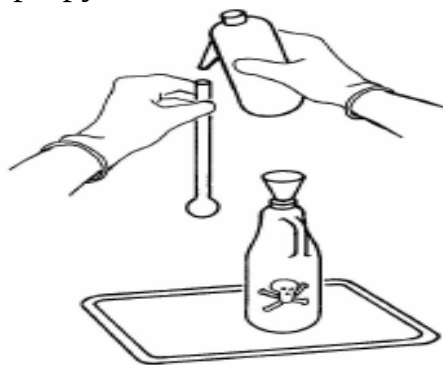
點選 Gas 則會出如下畫面，將接妥的氣體，按照 P1、P2...等依序輸入即可。
User 不要任意變更目前氣體資訊，以免造成困擾。

六、注意事項:

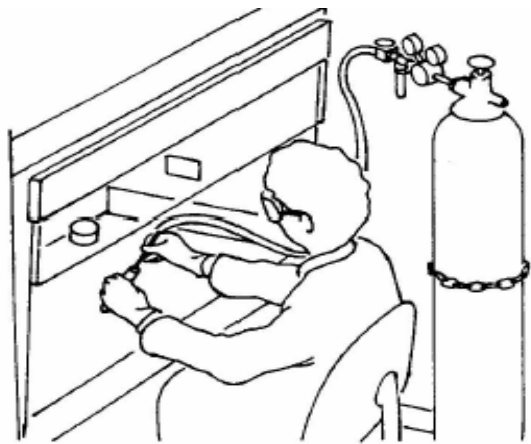
1. 油式幫浦真空油及油氣吸附劑建議每年更換，維持系統之良好真空度
2. 液態氮杯在實驗前務必注意液氮的高度，分析前確認充足，若不足時，請將之加至足夠量，否則會影響 P0 的求取，及 Surface Area 的測定，因 Surface Area 的計算利用氮分子在液態氮的溫度下在樣品表面上產生吸附作用，所以若樣品試管部份有樣品在的位置不在液氮溫度下，則氮氣在樣品表面產生吸附的量將會有誤差產生
3. 填充樣品時須注意儘量避免樣品附著在試管兩側，儘可能使其完全在試管底部，避免部份樣品無法在液態氮溫度下實驗；同時應避免以手觸摸到樣品試管，因手上之油脂及水氣均會造成影響
4. 裝填液態氮時，須注意若 Dewar 內是否尚有水 or 其它的東西，需清除乾淨避免液態氮裝入時導致 Dewar 破裂
5. 確認氣瓶供氣輸出壓力為 15psig~20psig 內
6. 樣品管清洗
將每5克的中性清潔劑溶於500ml的溫水中混合 (太多中性清潔劑會導致洗不乾淨之反效果)，然後將Sample tube浸入清洗液中，再以Ultrasonic 15分鐘左右。



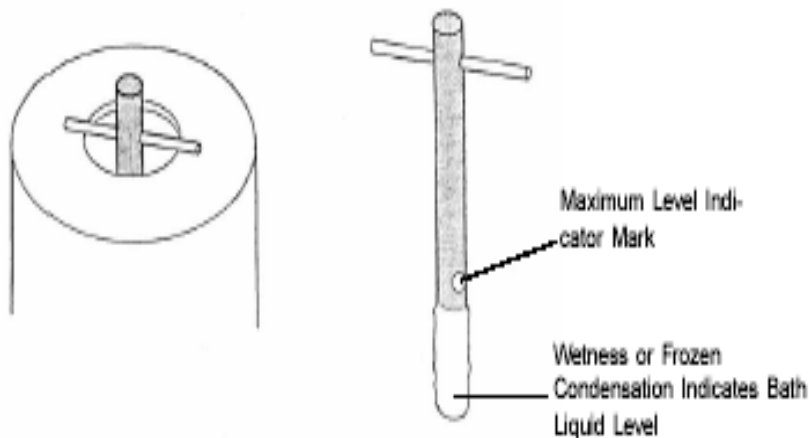
接著以刷子刷洗 (請戴rubber glove) 完畢後，先以熱水沖洗後，再以 Isopropyl alcohol洗過



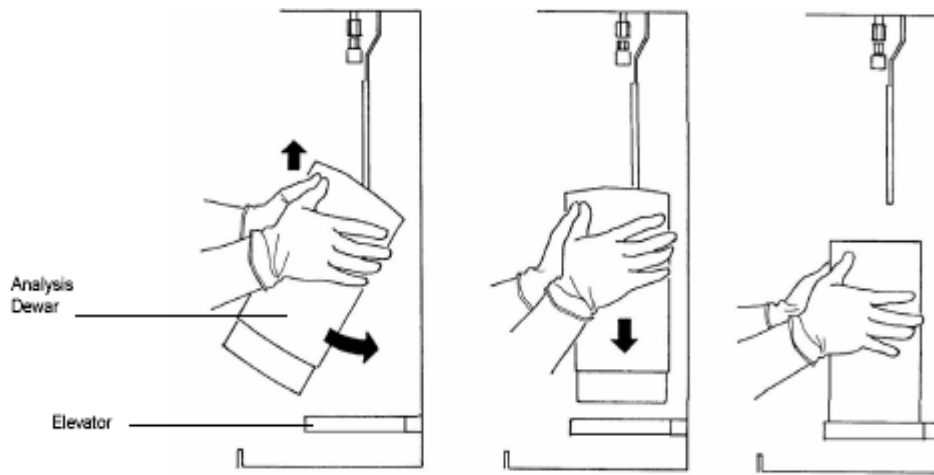
緊接著以氮氣吹乾後置於110度的烤箱中烘烤約2小時後靜置其回到室溫



7. 加熱包不可過度擠壓
8. 電腦絕對不能與其他儀器連線使用，以免控制發生錯誤訊號
9. 儀器操作最佳環境：溫度 10 ~30 °C ；相對溼度 20~80 % (noncondensing)
10. Analysis Dewar 之保溫棉及保護蓋一定要裝上
11. 若杜瓦瓶表面有結冰等現象不可以拿工具敲打，請放置室溫其融化
12. 液氮若剩下不到 1/6 滿，請拿至室外倒地板並恢復至室溫後再裝入新的液氮
13. 杜瓦瓶不能接受任何敲打或撞擊，使用時務必小心避免任何碰傷
14. 原廠標準樣品管 1/2 in(1.27cm) with 9cm³ 樣品室
15. Analysis Dewar: 使用液態氮高度量尺如圖所示:



16. 分析杜瓦瓶放置於升降機上時不可歪斜及瓶口不可以有結冰現象



17. 歪斜擺放可能導致玻璃破裂發生
18. 避免液態氮凍傷，盡量抗凍戴手套
19. 清潔冷凝玻璃管可用丙酮/異丙醇/酒精，另外，上方螺絲也需要保持清潔，橡膠 O 型環若有破損，也需要更換，玻璃管清洗完畢及乾燥後，裝回玻璃管及務必旋緊上方螺絲

micromeritics®

七、保養指導

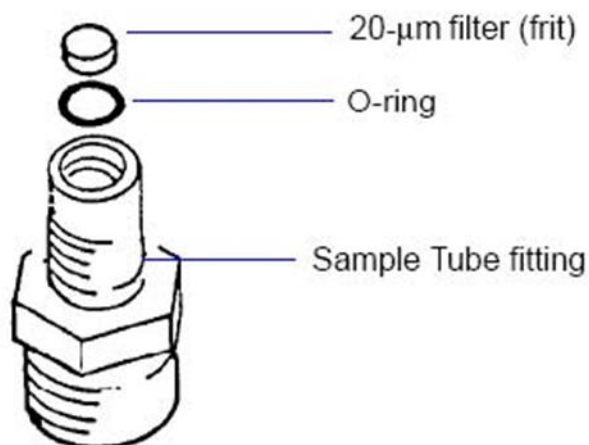
1 清潔儀器外殼，每月一次

用乾淨布沾清水擦拭儀器外殼。避免清洗液趁入儀器外殼內部。

2 更換分析口、除氣口的氣體過濾片，6 個月一次

如果污染了，在分析過程中會發生吸附和脫附，從而影響分析結果。另外，會造成漏測不過。以及自由空間偏小的問題。

用扳手(19 號)把樣品管接頭從樣品口上卸下，更換氣體過濾片和 O 圈，除氣口為使用螺絲起子。



3 更換分析口、除氣口的氣體過濾片之 O-ring，每次卸下換新
因上鎖時會造成磨損，故每次卸下務必更換為新的。

4 清潔分析口杜瓦瓶，每月一次

杜瓦瓶內髒污會帶污染液氮或影響杜瓦瓶的正常升降，用清水沖洗杜瓦瓶內部，洗淨後用幹布擦淨後晾乾。

5 更換樣品管用 O-ring，每 3 個月

因上鎖時會造成磨損，老化或破損後需要更換，以免影響樣品管的真空密封。平時可檢查或更換為新的。

6 清潔升降導桿，每半年清潔及上油

用乾布清潔後，用含鋰潤滑油脂，在電梯螺桿塗抹薄薄一層。



7 利用真空計、壓力計及溫度計將分析儀器漏測或校正，檢查儀器，建議每一年實施一次

8 另外，可利用軟體進行以下步驟測試儀器漏率，並把測試檔寄給我司服務代表。

1)選擇 Unit (1) > Diagnostics, 出現服務測試視窗。

2)再 Test 欄目內，選擇 Analysis System Leak Test Rev.(latest revision letter)。

3)選擇分析後出報告 Report after test，選擇螢幕 Screen 為目的地。

4)點擊 Next, 出現第二個服務測試視窗。

5)測試結束之後，對話會出現結束提示。

6)點擊 OK 關閉對話視窗。

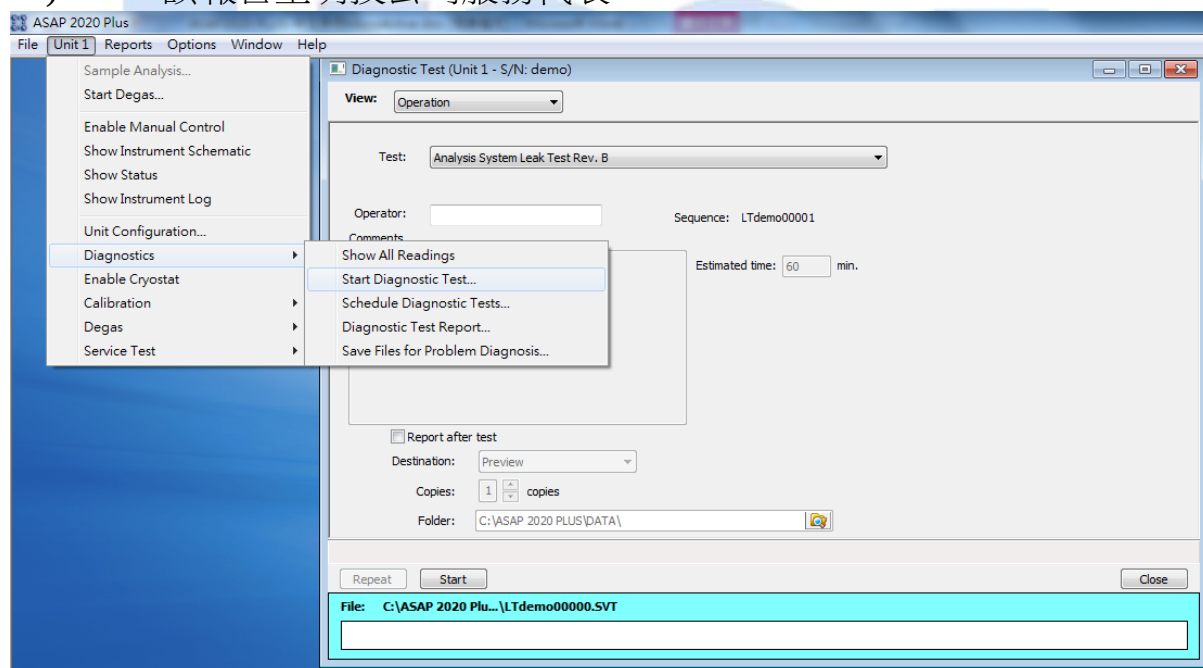
7)當你完成測試後，螢幕上會自動產生報告。

8)Save as，出現對話視窗。

9)接受約定名字，點擊 Save 返回報告窗口。

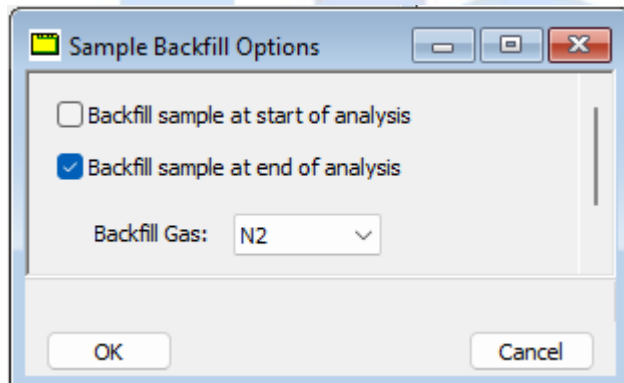
10)點擊 Close 關閉報告窗口。

11)e-mail 該報告至明技公司服務代表。



原位脫氣步驟:

- 1..將樣品管裝上儀器端
- 2.將原本 Valve1 及 Valve2 關閉
- 3.依序將 Valve7, Valve4, Valve5, Valve PS 及 Valve P1 打開
- 4.回填氮氣待 1000torr 壓力計接近 700mmHg
- 5.依序關閉 Valve P1, Valve PS, Valve5 及 Valve4
- 6.回填的壓力不可超過 800mmHg
- 7.確認此時 Valve7 依舊打開著
- 8.將 Valve9 打開
- 9.開啟 Valve2
- 10.壓力低於 30mmHg
- 11.開啟 Valve1
- 12.待真空度小於 10micron
- 13.將 273K 的杜瓦平穩固放在升降台上
- 14.點選已建好且分析前不回填的檔案並確認重量後開始分析

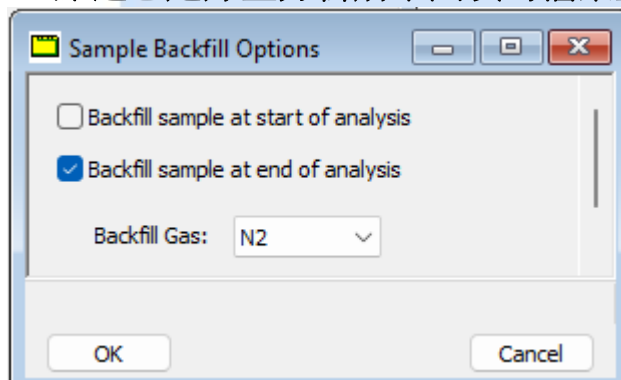


手動結束後，務必再按一次 Unit1 > Enable Manual Control 確認沒打勾!
主要避免分析過程誤按!

micromeritics®

原位脫氣步驟:(複測且安裝加熱包的步驟)

- 1.樣品管不取下且確認樣品管裝上儀器端
- 2.將原本 Valve1 及 Valve2 關閉
- 3.依序將 Valve7, Valve4, Valve5, Valve PS 及 Valve P1 打開
- 4.回填氮氣待 1000torr 壓力計接近 700mmHg
- 5.依序關閉 Valve P1, Valve PS, Valve5 及 Valve4
- 6.回填的壓力不可超過 800mmHg
- 7.確認此時 Valve7 依舊打開著
- 8.將 Valve9 打開
- 9.開啟 Valve2
- 10.壓力低於 30mmHg
- 11.開啟 Valve1
- 12.將升降台上升
- 13.安裝加熱包並墊上底座增高用
- 14.升溫加熱包(溫度不可大於使用 VacPrep061 的溫度)
- 15.至少抽 2 小時或以上
- 16.待真空度小於 10micron 或 0.1torr 壓力計接近 0
- 17.將加熱包降溫回到室溫後取下
- 18.將升降台降下
- 19.將 273K 的杜瓦平穩固放在升降台上
- 20.點選已建好且分析前不回填的檔案並確認重量後開始分析



洪韓恩 Cel : 0928-887-887

Cel : 0928-88-7887

Line ID : weien

WeChat ID: weien_hung

明技科學儀器有限公司

www.meritscience.com.tw

