

化学吸附仪使用手册

- 1.使用化学吸附仪必须得到仪器管理员认可
- 2.必须在有操作资格的人员陪同下进行实验
- 3.使用时务必在使用记录本上如实登记记录

化学吸附仪介绍

生产商：美国康塔仪器公司（Quantachrome）

工作原理：全自动化学吸附仪是集脉冲化学吸附和程序升温技术功能于一体的全自动动态化学吸附和反应活性分析仪，该仪器可进行催化剂和化学反应活性物质的表面结构表征，典型的应用包括使用程序升温技术对多相催化剂的结构进行表征。

主要性能参数：1. 炉子最大操作温度：1200 °C

2. TCD 最大工作温度：200 °C

3. 最大升温速率：20 °C/min

主要功能：

程序升温脱附（TPD）：

吸附气体经载气吹扫，可程序升温脱附形成特征曲线。NH₃-TPD 实验所得的 NH₃-TPD 曲线可以评价材料的酸性位分布及强度。通过 CO₂-TPD 实验，可获得碱性位分布及强度。

程序升温还原（TPR）：

TPR 技术可直接表征金属催化剂的还原性，在还原性气体气氛中，程序升温可使样品还原。氢气被消耗引起的热导池信号变化能反应样品的还原性特征，同时不同升温速率下的 TPR 实验可获得反应活化能数据。

程序升温氧化（TPO）：

碳和碳化物在氧化气氛中可程序升温氧化，同时氧气被消耗引起的热导池信号变化形成 TPO 曲线。ChemStar 的 TPO 功能可检测不同碳材料的不同氧化速率，从而表征这些碳材料的结构与性能。

主要应用：对焦和无机材料固体颗粒样品进行高温化学反应性测试，同时兼具对样品进行金属分散度测量、单点比表面积分析的能力，以得到煤焦、生物质焦、催化剂、催化剂载体、吸附剂等材料的特性信息。



使用指南

一、开机

本仪器的开机使用步骤为开气→开仪器→开软件，切勿颠倒开机顺序。

(1) 开气步骤：

本仪器配备 N₂、He、Ar、NH₃/He、H₂/Ar、CO₂、O₂ 共计 7 路气体，其中 N₂ 为 40L 大气瓶，其余为 8L 小气瓶。开气时 N₂、He 两路气必须打开，其余气体根据实验要求选择性打开。气瓶减压阀压力：N₂（40L）为 0.6 Mpa，其余 8L 小气瓶为 0.3 Mpa。

打开排气通风开关。

(2) 开仪器步骤：

本仪器配备单独插座电源开关，位于仪器后墙插排最右侧，向上为打开；仪器电源位于仪器右后方，上拨打开。

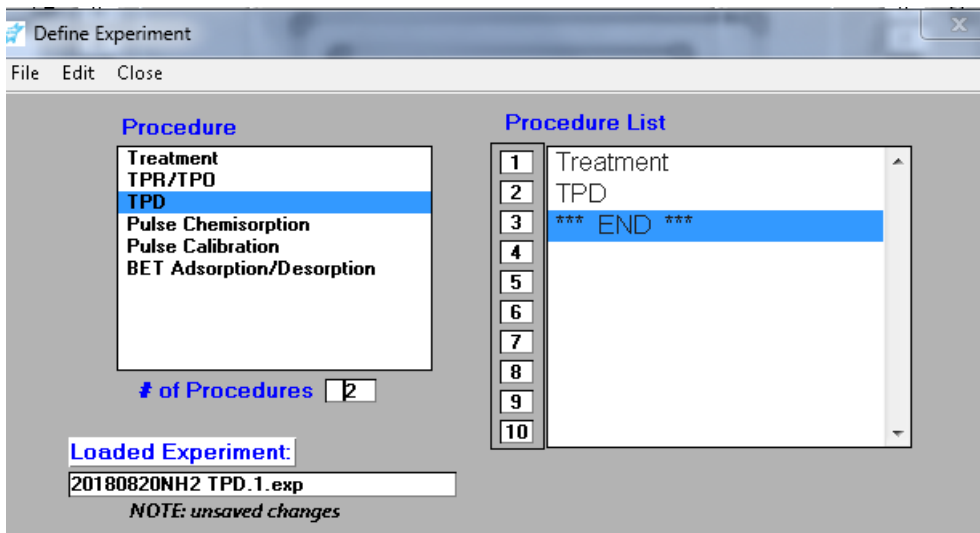
本仪器配备半导体制冷系统，使用仪器时先打开水阀，后打开电源开关，相关参数不用更改。

(3) 开软件步骤：

打开仪器电脑，仪器软件为桌面 CheStar.exe，双击打开后会出现显示 ChemStar 的空白小弹窗，请不要关闭，最小化即可。

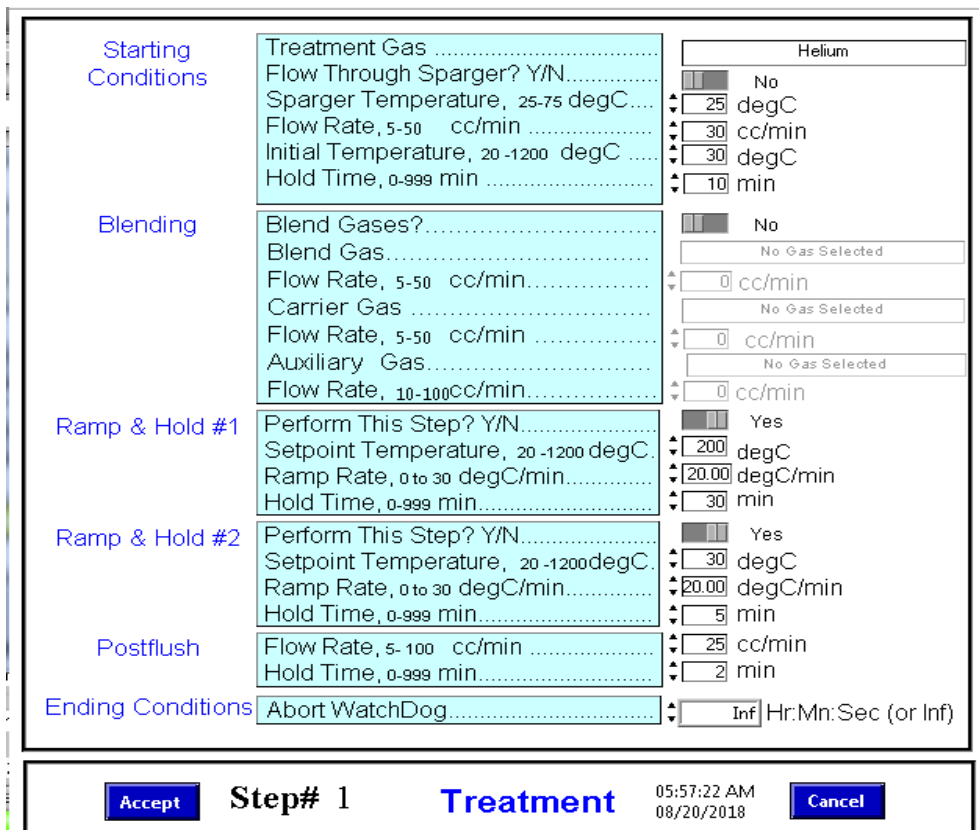
二、设定实验程序

点击 Experiment→Define 进入程序设定界面，根据实验要求，双击左侧 Treatment、TPR/TPO、TPD、Pulse Chemisorption、Pulse Calibration 等步骤，即可打开程序编辑界面，最后按照实验需要更改实验条件。仪器流量在 5~50 cc/min 之间，一般设为 30 cc/min，升温速率根据实验终温划分为以下几个标准：终温 500℃ 以下最大升温速率 20 °C/min；终温 500~800℃ 最大升温速率 10 °C/min；终温 800℃ 以上最大升温速率 5 °C/min。



调用已有程序文件，点击 File→Load File，选择路径桌面 TPD Program 文件夹。对于已有程序的修改不要保存。

(1) Treatment （预处理和吸附）



Starting Conditions

Treatment Gas 一般为 Helium;

Flow Through Sparger 不使用, NO;

Sparger Temperature 不用更改，未使用 Sparger;

Flow Rate 为吹扫气的流量，一般设为 30 cc/min;

Initial Temperature 一般设为室温;

Hold Time 保温时间。

Blending

是否混气和流量自行选择，不同实验要求不同，气体流量参照前文标准。

Ramp & Hold

Ramp & Hold 为预处理过程的升温保温过程，根据实验要求自行设定，气体流量和升温速率参照前文标准。

Postflush

该步骤为 Treatment 结束后的吹扫，气氛为氦气，可以使用默认值，时间自定。

Ending Conditions

不用更改。

(2) TPR/TPO

Detector	Disable TCD? Y/N.....	<input type="checkbox"/> No
	Delay for Auto Baseline? Y/N.....	<input checked="" type="checkbox"/> Yes
	TCD Current, 50-200 mA.....	75 mA
	TCD Gain, 1-100.....	2
Starting Conditions	Signal Sample Rate, 0.1-100 sec/pt...	50.0 sec/pt
	Carrier Gas	No Gas Selected
	Flow Rate, 5-50 cc/min	0 cc/min
	Initial Temperature, 20 -1200 degC	25 degC
	Hold Time, 0-999 min	10 min
Blend Conditions	Blend Gases? Y/N.....	<input type="checkbox"/> No
	Blend Gas.....	No Gas Selected
	Flow Rate, 5-50 cc/min.....	0 cc/min
	Treatment Gas	No Gas Selected
	Flow Rate, 5-50 cc/min	0
	Auxiliary Gas.....	No Gas Selected
	Flow Rate, 10-100cc/min.....	0
Ramp & Hold	End Temperature, 20 -1200 degC.....	400 degC
	Ramp Rate, 0 to 30 degC/min.....	10.00 degC/min
	Hold Time, 0-999 min.....	30 min
Postflush	Flow Rate, 5-100 cc/min	25 cc/min
	Hold Time, 0-999 min.....	2 min
Ending Conditions	Abort WatchDog.....	Inf Hr:Mn:Sec (or Inf)

Accept Step# 3 TPR/TPO 06:02:57 AM 06/20/2018 Cancel

Detector

Disable TCD? 使用 TCD，选择 No;

Delay for Auto Baseline? 选择 Yes;

TCD Current 电流大小 75 mA 左右; (小于 80 mA)

TCD Gain 增益系数根据实际情况调整, 一般 5-10;

Starting Conditions

Signal Sample Rate 采样速率, 一般 1 sec/pt;

Carrier Gas 载气 TPR 一般为 H₂, TPO 为 O₂;

Flow Rate 气体流量, 一般设为 30 cc/min;

Initial Temperature 一般设为室温;

Hold Time 保温时间。

Blending

是否混气和流量自行选择, 不同实验要求不同, 气体流量参照前文标准。

Ramp & Hold

Ramp & Hold 为预处理过程的升温保温过程, 根据实验要求自行设定, 气体流量和升温速率参照前文标准。

Postflush

该步骤为 Treatment 结束后的吹扫, 气氛为氦气, 可以使用默认值, 时间自定。

Ending Conditions

不用更改。

(3) TPD

Detector	Disable TCD? Y/N.....	<input type="checkbox"/> No
	Delay for Auto Baseline? Y/N.....	<input type="checkbox"/> Yes
	TCD Current, 50-200 mA.....	75 mA
	TCD Gain, 1-100.....	2
Flush Conditions	Carrier Gas	No Gas Selected
	Flow Rate, 5-50 cc/min	0 cc/min
	Temperature, 20-1200 degC	25 degC
	Hold Time, 0-999 min	15 min
Starting Conditions	Signal Sample Rate, 0.1-100 sec/pt....	50.0 sec/pt
	Carrier Gas	No Gas Selected
	Flow Rate, 5-50 cc/min	0 cc/min
	Initial Temperature, 20-1200 degC.....	25 degC
	Hold Time, 0-999 min	10 min
Ramp & Hold	End Temperature, 20-1200 degC.....	400 degC
	Ramp Rate, 0 to 30 degC/min.....	10.00 degC/min
	Hold Time, 0-999 min.....	30 min
Postflush	Flow Rate, 5- 50 cc/min	25 cc/min
	Hold Time, 0-999 min.....	2 min
Ending Conditions	Abort WatchDog.....	Inf Hr.Mn:Sec (or Inf)

Accept Step# 3 TPD 06:03:23 AM 08/20/2018 Cancel

Detector

Disable TCD? 使用 TCD, 选择 No;

Delay for Auto Baseline? 选择 Yes;

TCD Current 电流大小 110 mA 左右; (小于 135 mA)

TCD Gain 增益系数根据实际情况调整, 一般 5-10;

Flush Conditions

Carrier Gas 载气酸性位点 TPD 一般为 NH_3 , 选择 5.97% NH_3 ; 碱性位点 TPD 一般为 CO_2 , 选择 CO_2

Flow Rate 气体流量, 一般设为 30 cc/min;

Temperature 吸附温度, 视实验条件而定;

Hold Time 保温时间。

Staring Conditions

Signal Sample Rate 采样速率, 一般 1 sec/pt;

Carrier Gas 脱附气氛, 视实验条件而定

Flow Rate 气体流量, 一般设为 30 cc/min;

Initial Temperature 初始温度, 视实验条件而定;

Hold Time 保温时间。

Ramp & Hold

Ramp & Hold 为预处理过程的升温保温过程, 根据实验要求自行设定, 气体流量和升温速率参照前文标准。

Postflush

该步骤为 Treatment 结束后的吹扫, 气氛为氦气, 可以使用默认值, 时间自定。

Ending Conditions

不用更改。

(4) Pulse Chemisorption

Detector	Disable TCD? Y/N..... Delay for Auto Baseline? Y/N..... TCD Current, 50-200 mA..... TCD Gain, 1-100..... Signal Sample Rate, 0.1-100 sec/pt.....	<input type="checkbox"/> No <input checked="" type="checkbox"/> Yes 75 mA 2 0.5 sec/pt
Gas Selection	Adsorbing Gas (Treatment)..... Flow Through Sparger? Y/N..... Sparger Temperature, 25-75 degC..... Flow Rate, 5-50 cc/min..... Carrier Gas..... Flow Rate, 5-50 cc/min..... Blend Gases? Y/N..... Blend Gas..... Flow Rate, 5-50 cc/min..... Auxiliary Gas..... Flow Rate, 10-100 cc/min.....	No Gas Selected <input type="checkbox"/> No 25 0 cc/min No Gas Selected 0 cc/min <input type="checkbox"/> No No Gas Selected 0 with Carrier No Gas Selected 0 with Carrier
Pulse Parameters	Adsorption Temp, 20-1200 degC..... Hold Time, 0-999 min..... Number of Pulses, 1-999..... Time Between Injections, 60-9999 sec..... Data Collection Period, 60-9999 sec.....	25 degC 0 min 10 120 sec 60 sec
Postflush #1	Flow Rate, 5-100 cc/min..... Hold Time, 0-999 min.....	25 cc/min 2 min
Postflush #2	Flow Rate, 5-100 cc/min..... Hold Time, 0-999 min.....	25 cc/min 2 min
Ending Conditions	Abort WatchDog.....	Inf Hr:Mn:Sec (or Inf)

Accept **Step# 3 Pulse Chemisorption** 05:58:37 AM 08/20/2018 Cancel

脉冲吸附过程

Detector

Disable TCD? 使用 TCD，选择 No；

Delay for Auto Baseline? 选择 Yes；

TCD Current 电流大小：Ar 气氛小于 80 mA，He 气氛小于 135 mA；

TCD Gain 增益系数根据实际情况调整，一般 2-10；

Signal Sample Rate, 0.1-100 sec/pt 采样速率，一般一秒一个点。

Gas Selection

Adsorbing Gas(Treatment) 吸附气氛，从 Treatment Gas 中选择；

Flow Through Sparger? Y/N 选择 NO；

Sparger Temperature 不用更改，未使用 Sparger；

Flow Rate 为吹扫气的流量，一般设为 30 cc/min；

Carrier Gas 选择吸附气氛，（氮气或者二氧化碳）；

Flow Through Sparger? Y/N 选择 NO；

其余步骤为混气，如需使用联系管理员。

Pulse Parameters

Adsorption Temp, 20-1200 degC 吸附温度;

Hold time ,0-999 min 吸附时间;

Number of Pulses, 0-999 脉冲吸附次数, 一般 30 次足够;

Time Between Injections, 60-9999 sec 脉冲间隔;

Data Collection Period, 60-9999 sec 数据采集间隔

Postflush

该步骤为 Treatment 结束后的吹扫, 气氛为氦气, 可以使用默认值, 时间自定。

Ending Conditions

不用更改。

(5) Pulse Calibration

Detector	Disable TCD? Y/N.....	<input type="checkbox"/> No
	Delay for Auto Baseline? Y/N.....	<input checked="" type="checkbox"/> Yes
	TCD Current, 50-200 mA.....	75 mA
	TCD Gain, 1-100.....	2
	Signal Sample Rate, 0.1-100 sec/pt.....	0.5 sec/pt
Gas Selection	Adsorbing Gas (Treatment).....	No Gas Selected
	Flow Through Sparger? Y/N.....	<input type="checkbox"/> No
	Sparger Temperature, 25-75 degC.....	25
	Flow Rate, 5-50 cc/min.....	0 cc/min
	Carrier Gas.....	No Gas Selected
	Flow Rate, 5-50 cc/min.....	0 cc/min
	Blend Gases? Y/N.....	<input type="checkbox"/> No
	Blend Gas.....	No Gas Selected
	Flow Rate, 5-50 cc/min.....	0 with Carrier
	Auxiliary Gas.....	No Gas Selected
Flow Rate, 10-100 cc/min.....	0 with Carrier	
Pulse Parameters	Flow Through Null Station? Y/N.....	<input checked="" type="checkbox"/> Yes
	Number of Pulses, 1-999.....	10
	Time Between Injections, 60-9999 sec.....	120 sec
	Data Collection Period, 60-9999 sec.....	60 sec
Postflush #1	Flow Rate, 5-100 cc/min.....	25 cc/min
	Hold Time, 0-999 min.....	2 min
Postflush #2	Flow Rate, 5-100 cc/min.....	25 cc/min
	Hold Time, 0-999 min.....	2 min
Ending Conditions	Abort WatchDog.....	Inf Hr:Mn:Sec (or Inf)

Step# 3 **Pulse Calibration** 05:59:17 AM 08/20/2018

Detector

Disable TCD? 使用 TCD, 选择 No;

Delay for Auto Baseline? 选择 Yes;

TCD Current 电流大小: Ar 气氛小于 80 mA, He 气氛小于 135 mA;

TCD Gain 增益系数根据实际情况调整，一般 2-10；

Signal Sample Rate, 0.1-100 sec/pt 采样速率，一般一秒一个点。

Gas Selection

Adsorbing Gas(Treatment) 吸附气氛，从 Treatment Gas 中选择；

Flow Through Sparger? Y/N 选择 NO；

Sparger Temperature 不用更改，未使用 Sparger；

Flow Rate 为吹扫气的流量，一般设为 30 cc/min；

Carrier Gas 选择吸附气氛，（氮气或者二氧化碳）；

Flow Through Sparger? Y/N 选择 NO；

其余步骤为混气，如需使用联系管理员。

Pulse Parameters

Adsorption Temp, 20-1200 degC 吸附温度；

Hold time ,0-999 min 吸附时间；

Number of Pulses, 0-999 脉冲吸附次数，一般 30 次足够；

Time Between Injections, 60-9999 sec 脉冲间隔；

Data Collection Period, 60-9999 sec 数据采集间隔

Postflush

该步骤为 Treatment 结束后的吹扫，气氛为氮气，可以使用默认值，时间自定。

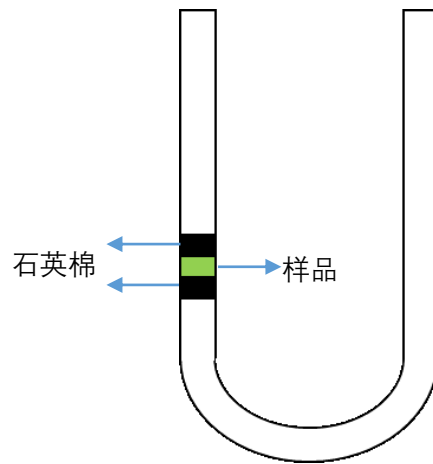
Ending Conditions

不用更改

设定好程序好，点击 **File→Save File** 保存，保存路径在桌面 **TPD Program** 文件，自己选择已有文件夹或者新建文件夹，命名不能有中文。修改程序点击 **File→Load File** 调用自己程序，修改好后点击 **File→Save Live** 保存。

三、添加实验样品

(1) 取 U 型管，先加少量入石英棉，再称量样品 100 mg 加入 U 型管，最后再加入少量石英棉。



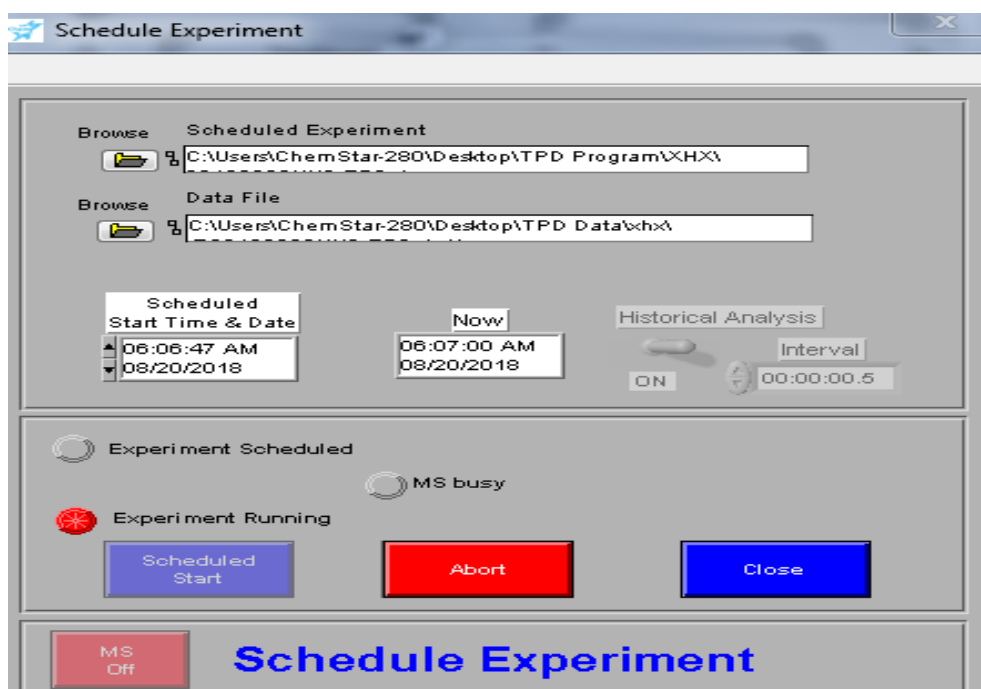
(2) 打开炉门，将 U 型管装上反应炉，装有样品一侧装在右边，注意将橡胶密封圈套在 U 型管上，保证密封；按住炉体左侧固定把手，反应炉可以上下移动，调整炉体高度，使样品与炉体内部热电偶在同一高度，注意用手扶住炉体，防止碰坏 U 型管。

(3) 打开仪器上盖，将热电偶放入样品管，与石英棉接触，拧紧螺母，关上仪器上盖。

四、开始程序

点击 **Experiment**→**Schedule** 进入调用程序界面，调用设定程序，桌面 **TPD Program** 文件中；修改数据保存路径为桌面 **TPD Data** 文件夹，命名必须以字符“@”开头，不能有中文,例如“@2018TPD_1”；设定好路径之后，点击 **immediate start** 开始（图中程序已将开始，显示为 **Abort**）。

实验过程中定期检查有没有异常情况发生！



五、关机步骤

本仪器的关机使用步骤为关软件→关仪器→关气瓶，切勿颠倒关机顺序。

实验结束后按照顺序关机，关闭软件（点击 Exit），关闭电脑，关闭冷却装置，清洗 U 型管，放置好热电偶，关闭气瓶，关闭排气通风开关。

使用的物品放置原位，样品及时清理，保持仪器清洁。