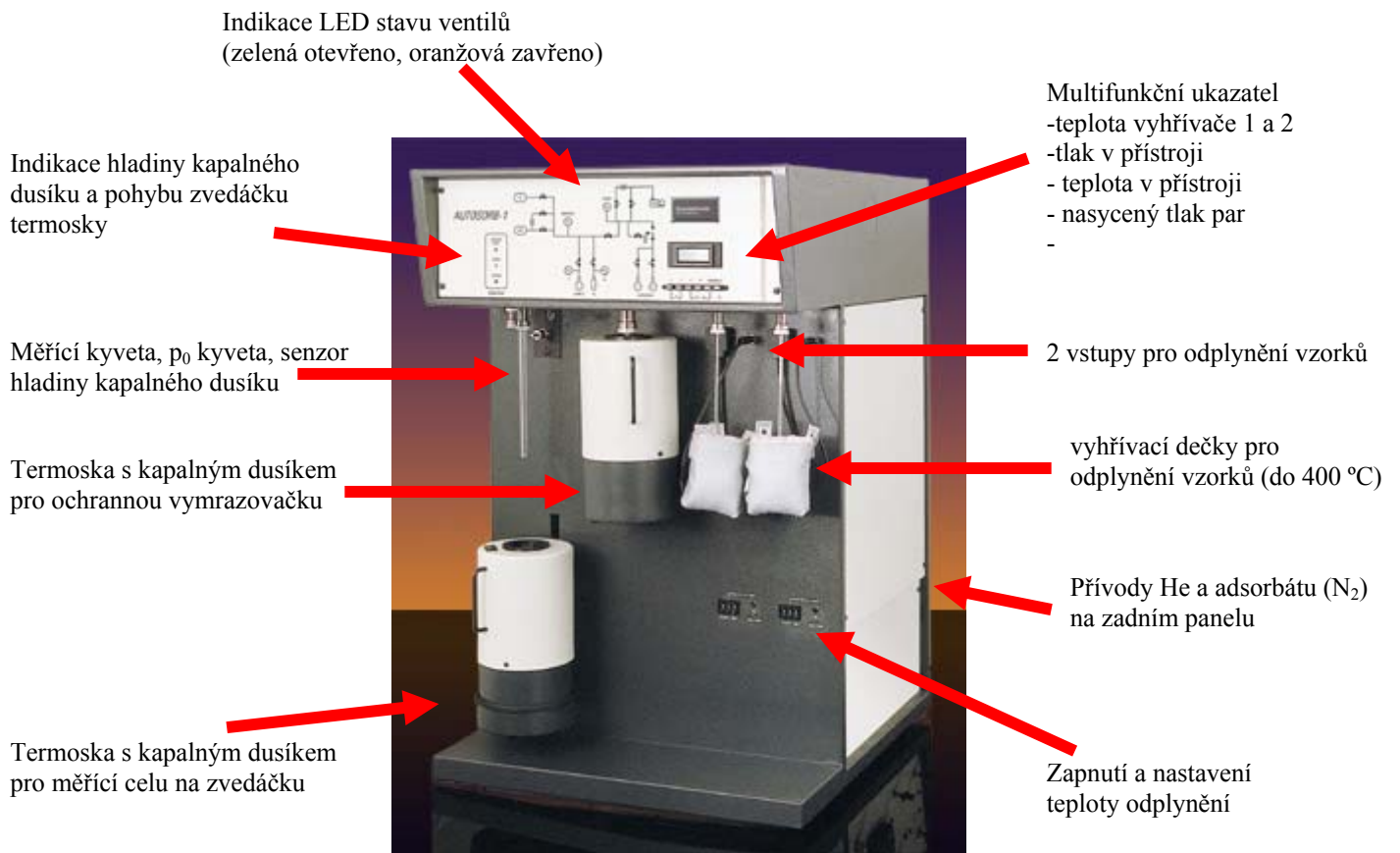


# Návod k obsluze adsorpčního porosimetru Quantachrome Autosorb 1MP



### **Funkční schopnosti:**

- Povrchová analýza
- Distribuce velikosti mezopórů
- Standardní mikropórové metody  
(kompletní povrchová a pórovitá analýza)

### **Povrchová analýza:**

- rozsah měrného povrchu pro adsorpci dusíku:  $0.05 - \infty \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$

### **Analýza objemu a distribuce velikosti pórů:**

- Detektovatelné objemové množství:  $< 0.001 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$
- Měřitelný rozsah průměru póru: od 3.5 do 5000 Å při použití dusíku

### **Bezpečnost práce**

**Při této analýze se pracuje s vakuem a kapalným dusíkem, je tedy nutno používat ochranné brýle a rukavice !!!**

### **Měření specifického povrchu metodou BET**

#### **Pracovní postup:**

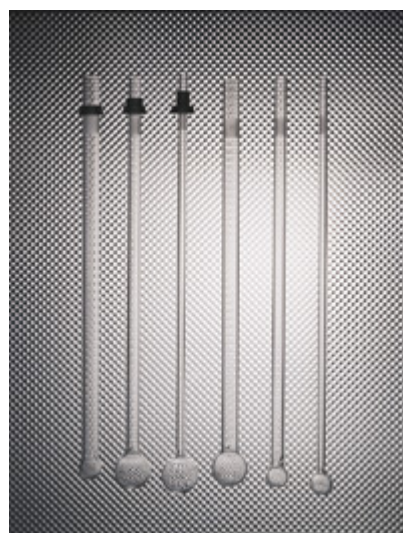
#### **PŘÍPRAVA VZORKU K ANALÝZE**

- Zapíšeme se do provozního sešitu Autosorbu 1MP.
- Naplníme termosku kapalným dusíkem asi 5 cm pod horní okraj (pozor: neutěsnit uzávěrem, aby nevznikl přetlak).
- Opatrně termosku umístíme ústím pod vymrazovačku a pomalu ji na ni nasuneme. Termosku zavěsíme háčkem za držák k na předním panelu Autosorbu 1. (držák je umístěný asi v 1/2 výšky přístroje z čelní strany).
- Na tlakových lahvích He a N<sub>2</sub> otevřeme hlavní ventily a regulátorem seřídíme tlak na výstupním tlakoměru na 0.69 bar (69 kPa, 10 psi), otevřeme výpustný ventil.
- Zkontrolujeme, jestli je zavěšená termoska naplněna alespoň do poloviny dusíkem, pokud ne, doplníme ji viz výše.

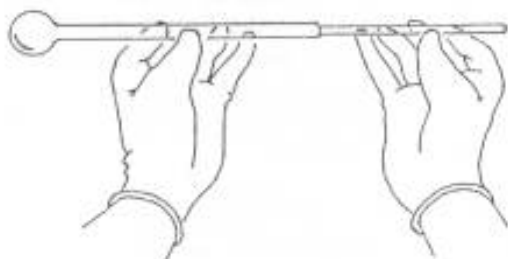
#### **MANIPULACE S KYVETOU:**

##### **Plnění kyvety:**

- Navlékneme si gumové rukavice.
- Vybereme si příslušnou čistou kyvetu s odpovídající výplňovou tyčinkou a dáme je na dvě hodiny sušit do sušárny.
- Necháme kyvetu s tyčinkou vychladnout.
- Zvážíme tuto prázdnou čistou kyvetu naplněnou plynným dusíkem s gumovou zátkou a filtrem s přesností na 5 desetinných míst (jednu stotisícinu gramu)



- Pomocí nálevky nasypeme testovaný vzorek do kyvety (podle zrnitosti vzorku možno i opatrně bez nálevky).
- Vytárujeme váhu a zvážíme naplněnou kyvetu doporučeným množstvím vzorku a profouknutou plynným dusíkem. Hodnotu odečteme a poznamenejeme.
- Podle potřeby (zrnitosti testovaného vzorku) vložíme do kyvety výplňovou tyčinku. V případě, že si nejsme jisti, zda tyčinku použít, pak ji použijeme!
- Do kyvety se nasouvá tyčinka ve vodorovné (horizontální) poloze, jinak může dojít k poškození kyvety (viz obrázek 1).

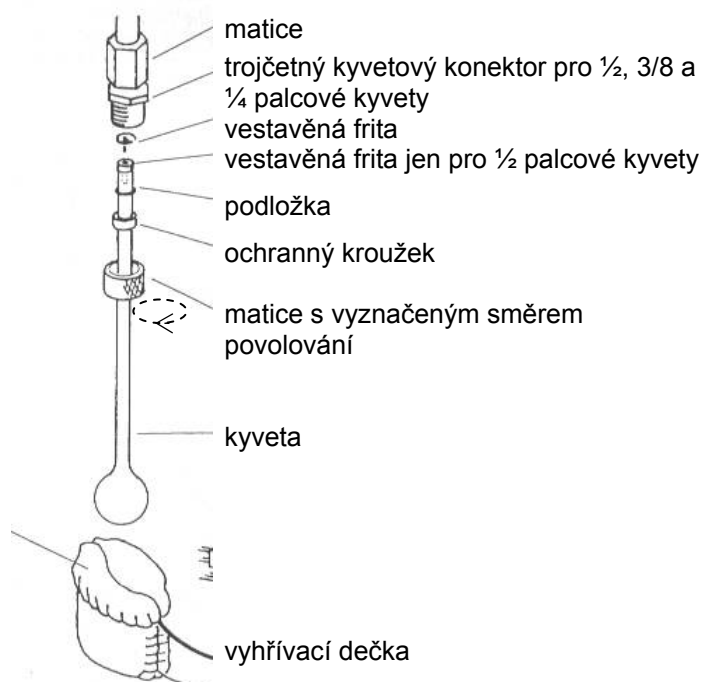


**Obr. 1** Plnění kyvety

#### **ODPLYNĚNÍ VZORKU PŘED ANALÝZOU (ODSTRANĚNÍ NEČISTOT)**

- Vybereme odpovídající velikost kyvety (průměr 6, 9 nebo 12 mm), profoukáme ji dusíkem pomocí dlouhé injekční jehly, zasuneme do ní odpovídající výplňovou tyčinku (vše musí být dokonale čisté viz. manipulace s kyvetou ) a uzavřeme gumovým septem.
- Zvážíme prázdnou kyvetu s gumovou zátkou a vloženou výplňovou tyčinku s přesností na 5 desetinných míst (jednu stotisícinu gramu), vytárujeme váhu a zvážíme naplněnou kyvetu s doporučeným množstvím vzorku. Hodnotu odečteme a poznamenejeme.
- Vložíme příslušnou výplňovou tyčinku do kyvety, (pokud je vzorek prachovitý a lehce létavý) upevníme kyvetu na odplyňovací vstup (viz níže), navlékneme vyhřívací dečku a zajistíme svorkou.
- Připevníme kyvetu na odplyňovací vstup č. 1 nebo 2.
  - o rukou odšroubujeme vroubkovanou matici od Autosorbu 1.
  - o připojovací sestava zahrnuje 3 části: matici, kyvetový adaptér a těsnicí kroužek.
  - o vybereme příslušnou velikost kyvetového adaptéru a namontujeme zpět podle Obr. 2 (dotahujeme se ve směru hodinových ručiček při pohledu zdola).
- Připevníme opatrně vyhřívací dečky: nasadíme vyhřívací dečku na kyvetu a dečku zajistíme pružnou kovovou svorkou.
- Nasadíme si ochranné brýle nebo štít (práce s vakuem) a spustíme z počítače evakuaci vzorku - viz dále.
- Po 10 minutách vakuování zapneme vyhřívání přepnutím páčkového přepínače do horní pozice.
- Ohřev vzorku regulujeme pomocí tlačítek pod odplyňovacím vstupem postupným zvyšováním teploty po krocích 50 °C až na maximální teplotu:
  - o max. teplotu nastavíme podle typu vzorku (např. zeolit X nebo MCM-41 na 350 °C)
  - o teplotu 100 °C můžeme použít pro labilní vzorky, pokud chceme jen odpařit vodu.
- Odplynění může trvat více než 24 hodin.

## Nasazení kyvety na odplyňovací vstup:



**Obr. 2** Sestavení kyvety pro odplyňování

## SPUŠTĚNÍ PROGRAMU ODPLYNĚNÍ Z POČÍTAČE

- Na vrchní liště klikneme na <OPERATIONS>.
- V rozbaleném menu klikneme na <OUTGASSER>.
- V nově otevřeném menu zaklikneme <STATION 1> nebo <STATION 2>, podle toho, na kterém vstupu máme připevněný odplyňovaný vzorek.
- Klikneme <LOAD>.
- Klikneme <OK> a znamenáme si čas začátku odplyňovacího procesu.

## Kontrola odplynění vzorku:

- Na vrchní liště klikneme na <OPERATIONS>.
- Klikneme na <OUTGASSER>.
- Označíme příslušný vstup k testování, zadáme hodnotu 10 mikronů a klikneme <TEST>.
- Je-li hodnota vzrůstu tlaku po druhé minutě pod 5 mikronů za min., pak je vzorek v pořádku připraven na analýzu. Pokud je test neúspěšný, pokračujeme v odplyňování a klikneme <OK>. Zkontrolujeme, je-li vzorek správně upevněný.
- Když odplynění skončilo, vypneme vyhřívání a počkáme, až vzorek zchladne.
- Odpojíme vzorek kliknutím na <OPERATIONS><OUTGASSER>.
- Označíme vzorek, který chceme přemístit a klikneme <REMOVE>.
- Když se LED kontrolka přepne ze zelené do oranžové, vzorek je připraven k přemístění.
- Sejmeme vyhřívací dečku a necháme kyvetu zcela zchladnout. Kyvetu rychle, ale opatrně, přemístíme na měřicí vstup.

## MĚŘENÍ VZORKU

- Připevníme kyvetu se vzorkem na měřící vstup a naplníme termosku kapalným dusíkem a umístíme ji na termoskový zvedáček Autosorbu 1.
- Na počítači klikneme na <ANALYSIS MENU><PHYSISORPTION ANALYSIS PARAMETERS>.
- Vyplníme následující údaje:
  - o Sample ID: název vzorku
  - o File ID: jméno souboru
  - o Operator: zadáme svoje jméno
  - o Bath T: zadáme teplotu (77.35 K)
  - o Adsorbent: dusík (nebo jiný použitý plyn, např. krypton)
  - o Test těsnosti (Leak Test): 3 min. pro dusík (nebo 1 min. pro Kr)
  - o Druh plnění (Maxi-dose): (ON) pro dusík a (OFF) pro krypton
  - o Odplyňovací čas (Outgas time): Zadáme zaznamenaný čas odplyňování
  - o Odplyňovací teplota (Outgas Temperature): Zadáme použitou odplyňovací teplotu
  - o P<sub>0</sub> parametry (P<sub>0</sub> Parameters): rovnovážný nasycený tlak pro adsorbát (N<sub>2</sub> nebo Kr)
  - o User P<sub>0</sub>/Ambient): 760 mm Hg pro dusík a 2.63 mm Hg pro Kr
  - o Typ kyvety (Cell Type): Označíme typ kyvety (6, 9, 12 mm) s nebo bez výplňové tyčinky
  - o Zadej počet analyzovaných bodů (Analysis Points, Select): 11 bodů pro dusík a 7 pro krypton
  - o Hmotnost vzorku (Sample weight): zadej přibližnou hmotnost v g. Po skončení analýzy zadej přesnou hmotnost vzorku
  - o Odplynění (Evacuation) : vybereme Fine (jemné)
  - o Temp Comp: Ověříme si, že **není** zaškrtnuto Enabled (povolená)

**Physisorption Analysis Parameters**

Sample ID: \_\_\_\_\_ Weight: 1.000 g Leak Test: 1 min. Bath Temp.: 77.4 K

Sample Description: \_\_\_\_\_

Operator: \_\_\_\_\_ File Id: <&> Verify

Adsorbate: Nitrogen

Xsect. Area: 16.200 A2

Mol. Weight: 28.0134 g/mol

Non-ideality: 6.5800e-05

Evacuation:  Fine  Coarse

Use Maxi-dose

Outgas Time: 1.0 Hours

Outgas Temp.: 300.0 Celsius

Po Parameters:  Po Station  Open to Ambient  User Entered Po  Calculated Value

User Po/Ambient: 760 mm Hg

TempComp:  Enable

Cell type: 6mm with rod

Buttons: Load User File, Save User File, Edit Report Options, Select, Total, DoseWizard, Start, OK, Cancel

- Po zadání všech zmíněných parametrů, stiskneme <START> k započetí analýzy. Klikni <OK> k vypnutí okna Physisorption screen. Údaje o průběhu analýzy jsou zaznamenávány do souboru logfile: AS\_datum\_pořadové číslo
- Když je analýza hotova, odpojíme kyvetu od přístroje a zvážíme ji.
- Zadáme přesnou hodnotu hmotnosti do programu <DATA REDUCTION><EDIT ANALYSIS INFORMATION>, po zadání správné hmotnosti, program automaticky přepočítá všechny výsledky.

- Zobrazíme výsledky <DATA REDUCTION><SELECT MULTIPLE TABLES>.
- Vybereme <MULTIPLE BET> a klikneme <OK>, objeví se datová tabulka s analýzou vzorku.
- Korelační koeficient (correlation coefficient) by měl být větší než 0.999. Pokud je přímka na konci zahnutá, pak odstraníme první a poslední datový bod. Tím zlepšíme korelaci. Provedeme to následovně: <DATA REDUCTION><EDIT RAW DATA AND TAGS>. Označíme první a poslední bod a klikneme na <DELETE SELECTED POINTS>. Většinou získáme hodnotu koeficientu větší než 0.9997.
- Po kontrole korelačního koeficientu zkontrolujeme „C“ hodnotu, která říká, jak je BET analýza pravdivá pro tento vzorek. Ideální je, když se C pohybuje kolem hodnoty 100. Pokud je nižší než 2, pak BET teorie není pro tento vzorek platná.
- Uložte získaná data.

#### UKONČENÍ

- Vysypeme vzorek z kyvetu a náležitě ho uložíme pro další analýzu.
- Vyčistíme kyvetu a výplňovou tyčinku (viz níže – čištění kyvetu).
- Ujistíme se, že jsme vypnuli odplynovací vyhřívání do dolní pozice (OFF).
- Ujistíme se, že všechny vstupy jsou uzavřeny zátkami.

#### Čištění kyvetu a filtru:

- Vysypeme otestovaný vzorek a kyvetu řádně vypláchneme destilovanou vodou.

- Umyjeme kyvetu a tyčinku ve vodě se saponátem (asi 5 ml saponátu na 0.5 l vody) a řádně je opláchneme, aby kyveta i tyčinka byly zcela zbaveny saponátu (k čištění kyvety můžeme s cítem použít i tenký kartáček).
- Naplníme kyvetu horkou deionizovanou vodou a vložíme ji do ultrazvukové myčky na 15 min. Tyčinku vložíme do misky s vodou a vložíme ji také na 15 min. do ultrazvukové myčky.
- Tyčinku i kyvetu opláchneme horkou vodou, a pak je nad miskou opláchneme isopropanolem nebo acetonem.
- Odpadní rozpouštědla nalijeme do nádoby s organickým odpadem.
- Kyvetu a tyčinku necháme vysušit v sušárně