

Quantachrome
INSTRUMENTS

Optimizing particle performance

化学吸附分析系统



AUTOSORB-1-C-TCD

动态/静态二合一全自动化学吸附分析仪
(物理/化学吸附催化剂特性全分析系统)

ChemBET 3000TPR/TPD

化学吸附分析仪

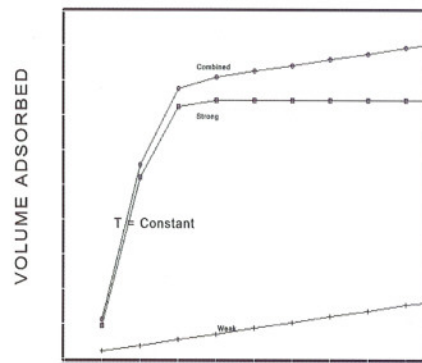
静态化学吸附, 动态化学吸附(TPD/TPR/TPO, 脉冲滴定), 蒸汽吸附, 比表面积, 孔隙度

美国康塔仪器公司

美国康塔仪器公司(Quantachrome Instruments)是著名的当代颗粒技术开创者。近四十年来,康塔(Quantachrome)的科学家革新了测量技术并设计了相应的仪器,使得粉体及多孔物质的测量更加精确、精密,更加可靠。它为催化剂特性研究提供了多样化且经济有效的方法,包括用于常规TPD/TPR/TPO分析的ChemBET-3000T动态化学吸附分析仪及世界第一台为全面进行催化剂特性研究而设计的AUTOSORB-1-C-TCD动态/静态二合一全自动化学吸附和物理吸附分析仪。

静态化学吸附

即静态体积测定法(或压力测定法)研究化学吸附等温线。其过程是样品在惰性气体中加热,抽真空后用 H_2 还原,然后在真空或流动态下冷却,再在一定温度下测量吸附质的等温吸附曲线,计算吸附量。



典型的静态化学吸附曲线

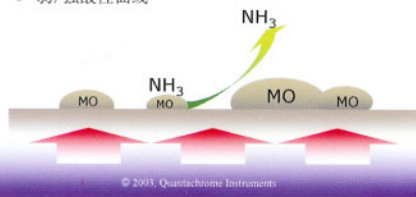
物理的(weak)、化学(strong)和混合的(combined)等温吸附曲线

动态化学吸附

1. 程序升温脱附 (TPD)

TPD

- 程序升温脱附(Temperature Programmed Desorption)
- 吸附探针物质
- 氦气吹扫
- 程序化升温速率
- 弱/强酸性曲线



TPD分析是通过在不同温度下,气体脱附的量来确定催化剂表面所存在的活性中心数目、类型和浓度。在样品经脱气、还原或其它表面处理,导入的分析气与样品活性中心反应,然后在惰性载气条件下开始程序升温脱附。(温度升高与时间呈线性关系,一般选 $10-15^{\circ}C/min$)

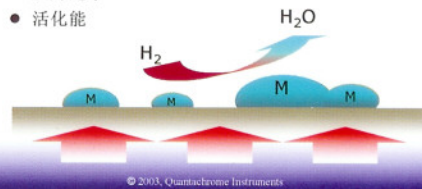
在一定温度下,热能将会克服活化能,使吸附质与吸附剂之间的键断裂,这样吸附物种会被脱附。若有不同的活性金属存在,吸附物种通常会在不同的温度下脱除,脱附分子进入惰性气流中,其浓度会被热导池检测出来。从所得到的特性指纹图谱中可以获得相关信息,例如,若以氨气为吸附气体,则可获得酸性部位浓度分布信息;若二氧化碳是吸附气体,则可获得碱性部位浓度分布信息。

2. 程序升温还原 (TPR)

TPR法可确定催化剂所存在还原物的数目,并显示出还原反应发生的温度。TPR法的一个重要方面就是样品除需含还原金属外,没有其它特殊的要求。由反应气(如氢气)与惰性载气(如氮气)混合而成的分析气流在室温下通过样品,当气体流动时样品温度随时间呈线性变化,吸附反应消耗氢气的量由仪器记录下来,混合气浓度的变化也已确定下来,这些已知量可计算出氢气反应的体积。

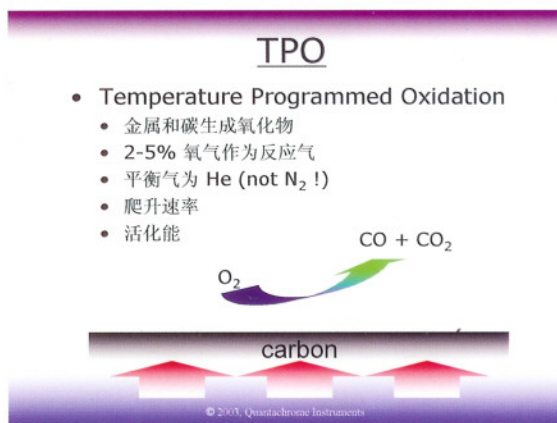
TPR

- 程序升温还原(Temperature Programmed Reduction)
- 金属氧化物变成金属
- 5%氢气作为反应气
- 平衡气为 N_2 或Ar(不能用He!)
- 爬升速率
- 活化能



3. 程序升温氧化 (TPO)

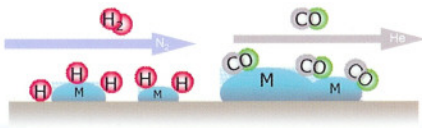
TPO 法可检验出催化剂能被氧化的程度，通常样品需预处理，并将金属氧化物还原为基础金属，然后采用脉冲或稳定气流的方式，将含 2%氧气的反应气通过样品。加热样品管，样品温度依照使用者选定的温度程序升温，氧化反应在一定温度时发生，分析仪将会测出样品吸收的氧气量：当使用任何混合气体进行TPR 或TPO分析时，需保证混合气各组分的热导有明显的差异，这样可确保仪器测试的灵敏度最大。



4. 脉冲化学滴定

脉冲滴定(Titration)

- 活性部位的脉冲滴定
 - H₂或CO滴定
 - N₂和He分别作为载气
 - 在室温进行(典型实验)
 - 多次注射直至饱和



脉冲化学滴定是通过测量流过样品的反应气的脉冲来确定出样品的活性表面积；金属分散体系的百分浓度和晶体粒度。气体与活性中心发生化学反应直到其全部反应掉为止，一旦活性中心全部反应，注入样品管的气体体积出管后也不变化。检测器可以检测出未与样品反应的过量气体的体积。与样品反应的实际气体体积可以用简单的回归计算自动测得。

脉冲滴定技术用于定量测量如下数据：

- 强化学吸附吸收气体量
- 活性金属比表面积
- 金属分散度
- 平均晶粒尺寸

Autosorb-1-C系列

康塔仪器公司的Autosorb-1-C系列是得到极高评价的新一代比表面和孔径大小分析仪产品的代表，在一台仪器上可以测试物理吸附和化学吸附性能。这种高级压力传感器测试/流动吸附分析仪具有能够进行高灵敏度的压力测试，自动气体控制，程序升温 and 多种气体探测的增强真空技术。材料科学的新兴推动了这些混合分析技术的发展。可提供多种配置，以极高的性能/价格比满足不同研究的需要：

AUTOSORB-1-C 全自动物理/化学吸附分析仪：



化学吸附和物理吸附测定能力，全自动原位处理样品，包括电脑控制的多种气体入口的气路切换。用户程序化自动协议可将化学吸附处理和分析结合在一起，产生金属表面积，分散度，纳米簇粒度。提供用于全面催化剂表征的详细计算和报告软件。

- ★ 自动化学吸附测定：现场制备样品，并自动完成从样品制备到分析的转换。
- ★ 专利无油膜式涡轮分子泵真空系统，可防止油的挥发污染歧管系统。
- ★ 在流动、真空或静态条件下制备样品，程序升温至1100℃。制备气体流经粉末反应床以完全处理样品。
- ★ 内置5个带有自动开关的气体输入口。气体输入口可扩展。
- ★ 应用包括分析金属分散度，酸性部位分布，晶粒尺寸，吸附热等等。
- ★ 可测定各种气体，包括氢气，一氧化碳，氨气和环己烷（样品池自动密封组件可选）。

AUTOSORB-1-C-TCD 物理/化学吸附全分析系统:

世界第一台动态/静态二合一的全自动化学吸附分析仪，是催化剂特性全分析的多功能仪器。使用高度灵敏检测器（TCD）。自动编程产生反应热力学的TP属性。系统包括用于快速金属表面积，分散和纳米簇尺寸探测的脉冲滴定特性。温度范围从零下到炉子所能承受的最高温度。

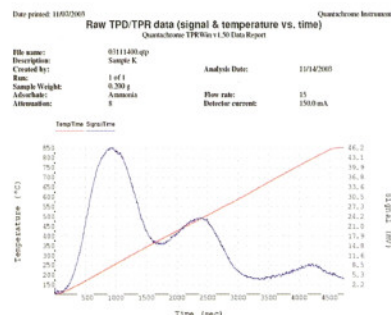
★ 分析能力包括:

- 全自动TPR/TPD/TPO (Automated TPR, TPD, TPO)
- 静态物理吸附 (Static physisorption)
- 静态化学吸附 (Static chemisorption)
- 脉冲滴定 (Pulse titration)
- 在Windows® 平台上进行数据采集。

★ 全新的TCD 选件采用了稳定的高灵敏热导检测器以在流动状态下监测吸附和脱附过程。

★ 石英流动池确保实时温度监测下的快速响应和高温能力。

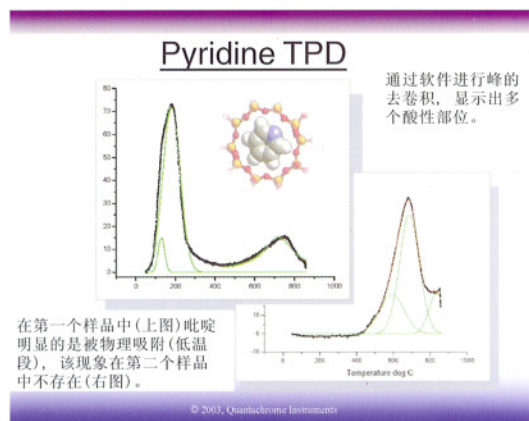
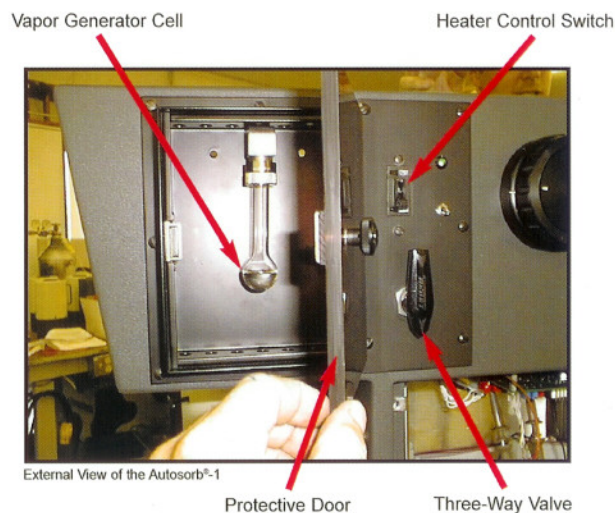
★ Multi-gas™ 技术确保了在不同气体气流间的转换和对分析气体和衍生气体的广泛抗化学腐蚀能力。



AUTOSORB-1C-VP 化学吸附和蒸汽吸附分析仪:

该配置具有内置蒸汽导入系统，适用于所有的化学吸附型号。蒸汽配置单元保留所有的低温物理吸附和高温化学吸附功能:

- ◆ 量气歧管增配自动调温装置以防止蒸汽冷凝。
- ◆ 内置可加热的蒸汽发生器。
- ◆ 特殊设计的蒸汽投气软件可获得精确的蒸汽等温线。
- ◆ 透过透明仓盖，可观察蒸汽源情况。



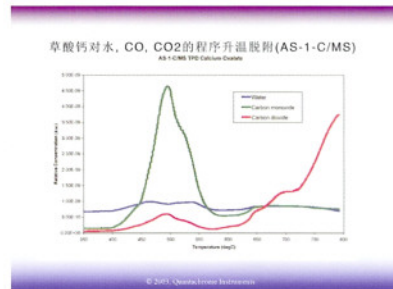
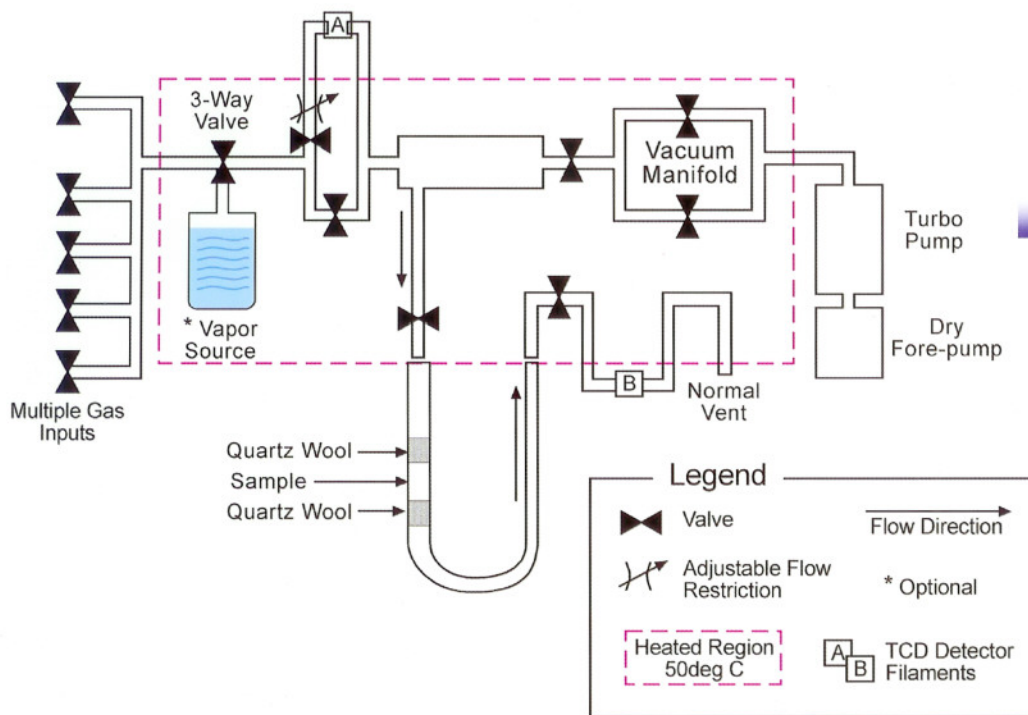
AUTOSORB-1-C-MS 物理/化学吸附全分析系统:

Autosorb-1-C可配置一个200AMU的内置质谱以识别气体，用于深度反应的研究。这个内置质谱从流经化学吸附池下游的气流中取样，从而自动采集程序升温还原（反应）和脱附的数据，这样就可以增强对催化剂和表面反应活性的研究，能对多孔物质提供更完整的表面特性信息，并在控制加热速率和压力的同时，鉴定脱附气体物质。

内置质谱独特的真空室和样品倒入系统相对于独立质谱而言，可以有效地降低费用。自动温度和质量信号的合并可以给出多条TP曲线。可以和TCD选项和//或VP选项结合使用。有了这个选项，Autosorb-1-C就成为了催化剂表征方面的一个全面的分析工具。



- ◇ 增加的分析功能：
 - 流动态程序升温 (Flow TPR/TPD)
 - 保温态程序升温脱附 (Soak TPD)
 - 真空态程序升温脱附 (Vacuum TPD)
 - 离析气体的鉴定
- ◇ 若配有两个热电偶，可与TCD 检测器同时使用。

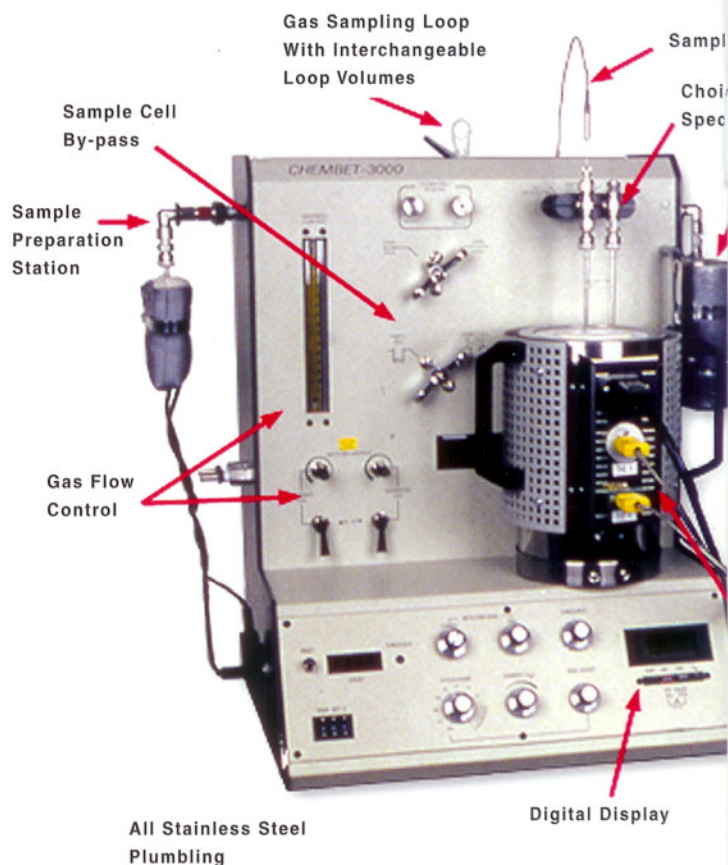


Autosorb-1-C系列仪器提供了静态的体积测定法（压力测定法）和流动技术。这种独一无二的性能被用于测定从极低压力（ 1×10^{-7} atm）开始的吸附等温线和执行在流动条件下的动态升温试验，比如程序升温脱附试验。其特点综述如下：

- 高真空度：低背景（起始）压力对于详细的亚纳米孔洞（微孔）分析是必不可少的。低背景污染的气体使仪器可以用于进行最高质量的化学吸附测试。
- 小体积样品室：通过最小化过量的（未被吸附的）气体来达到亚纳米孔洞测试的极端灵敏度和正确性。加上一个自动隔离阀，和一个专门的样品室传感器，这三个因素提高了压力改变的灵敏度（因此增加了吸附气体体积的分辨率）。
- 制冷剂（液氮）的液位控制：通过用高度敏感的液位传感器来仔细控制“冷冻区”的温度以除去样品室中（用于低温条件下物理吸附）的大量的背景（空）气体。
- 高真空脱气：专利无油真空系统（涡流分子泵和干燥隔膜泵）提供了一个显著提高的极限真空度，这一真空度对于增强样品制备是必要的。最前沿应用需要出众的真空性能。
- 蒸汽吸附性能：在研究极性，非极性相互作用的研究中，例如在炭表面，通常需要使用有机溶剂作为吸附剂。
- 自动气体开关：微处理器自动控制执行测试途径的变化以确保变化的清洁性（无混合）和提高安全性。无需用户干涉的设计可以允许对于复杂方案的完全无人操作。
- 带有原位温度检测的线性加热：可以升温到1100°C的完全PID控制，保证了使用程序升温研究的可靠性和可重复性。仪器的这种性能可以用于测定蒸汽的结合力，酸性部位的作用力，氧化还原周期，区分炭的同素异形体，活化能和吸附热。
- 在流动条件下的快速滴定：热导检测器对于测试气体和活性区域表面的强相互作用以及测试金属分散度是很理想的方法。

ChemBET 3000系列

- 该仪器为流动法化学吸附原理，具有1个分析样品站和一个样品制备站
- 高温炉：温度范围：40 - 1100° C；温度控制：PID, 自动调节
- 体积精度：最小可识别体积： $1 \times 10^{-4} \text{ cm}^3/\text{g}$
- 检测器：用热导检测器，并具备连接质谱的能力。
- 脱气温度范围 40~450° C
- 具备4路反应气入口和1路校正气入口
- 样品池：石英U形样品池
- 反应气每次脉冲的大小可由装有电控阀的环路来确定。
- 与质谱仪联用：可以（在池中样品后，在分离器之后检测器之前，或在检测器之后接入）
- 物理吸附：样品用液氮冷却，然后向样品池通入氮气和氢气的各种混合物，就可以测定样品的比表面积，测量范围在 0.1 m^2 以上。若使用氮气和氢气的混合物可使检测下限达到 0.01 m^2 。单点BET比表面积10分钟内就可以测出。软件自动记录信息，计算BET比表面积，打印包括比表面积，BET曲线，常数C，y轴截距，斜率以及最优最小二乘方相关系数等信息的报告。



化学吸附分析仪：

用于全面进行催化剂特性研究，包括如下功能：

- ★ 程序升温还原/反应/氧化 (TPR/TPRA/TPO)
- ★ 程序升温脱附 (TPD)
- ★ 脉冲滴定
- ★ 物理吸附测定BET表面积和孔体积应用
- ★ 证实或评估催化剂的活性
- ★ 为工业应用确定理想的催化剂制备条件
- ★ 测定使用过的催化剂的再生效率
- ★ 快速筛选实验所需的催化剂
- ★ 计算给定反应的活化能
- ★ 测定酸性部位浓度

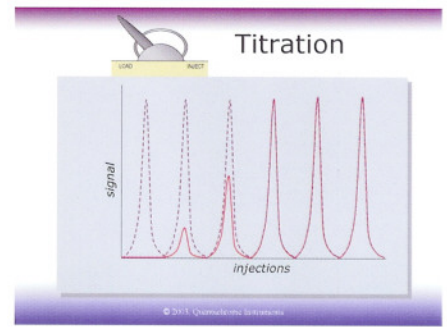
不同分析类型的所

	长U形管	短U形管	标准管	5% H2	100% H2	5% O2	100% N2
TPR	✓			✓			
TPO	✓					✓	
TPD	✓						
Metal Area*	(✓)	✓		(✓)	✓		✓
BET			✓				✓

* 用H2作反应气。如果用CO，则用100% CO取代100% H2。
© 2003, Quantachrome

◇ 性能:

- 吸附体积: 0.001到100cm³以上
- 比容: 0.0001cm³/g
- 总表面积: 0.1到280m²
- 比表面积: 下限是0.01m²/g, 上限决定于最小样品重量的准确度
- 孔体积: 0.0001到0.15cm³
- 体积准确度: ±1%
- 再现性: 0.5%
- 灵敏度: 10位 (动态范围: 512) 加用户可选检测器电流

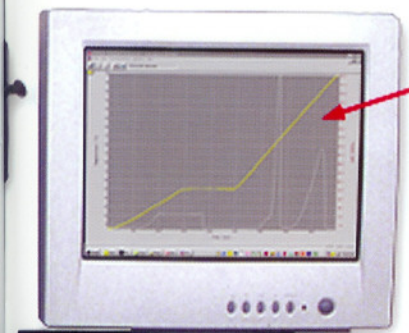


Temperature Detection

e of Mass

rometer Connections

Cold Trap Between Sample and Detector



Windows® Compatible Software (Monitor not included)



PC Interface

Programmable Temperature Controller

1,100°C Furnace with 2 Thermocouples for Thermal Cutoff Regulator

4-way Gas Switching Valve

◇ 气体:

- 化学吸附气体: 典型的有氢气, 氧气, 一氧化碳, 二氧化硫, 氨气
- 物理吸附气体: 典型的有含氦气, 氩气, 氦气, 二氧化碳的氦气
- 样品池体积: 标准体积是1.5cm³, 也有其他尺寸的样品池提供
- 物理吸附冷冻剂: 典型的是液氮
- 冷阱冷冻剂: 液氮/醇, 干冰/丙酮, 液氮, 等等。

◇ 仪器实体参数:

- 尺寸: 宽45.2cm, 高62.5cm, 深41.4cm
- 重量: 24kg
- 操作温度: 15到35°C
- 储存温度: 0到50°C
- 湿度: 20-90% (无冷凝)
- 铸造材料: 316不锈钢, 聚四氟乙烯, 氟化橡胶, 钨/铼, 金

◇ 有关电的参数:

- 电压: 100-240VAC; 频率: 50/60赫兹

AUTOSORB-1C系列和ChemBET3000的温度控制:

- ◇ 制备温度: 用加热包, 最高可达450°C
用高温炉, 最高可达到1100°C
- ◇ TPR/TPD加热速率: 1到100摄氏度每分钟 (加热温度最高达500°C)
1到50摄氏度每分钟 (加热温度最高达750°C)
1到30摄氏度每分钟 (加热温度最高达1000°C)
1到20摄氏度每分钟 (加热温度最高达1100°C)
- ◇ 高温炉控制器: PID, 具有自动调整的特性

所需气体及附件

100% He	30% N2	注射器	高温炉	加热包	柱瓦瓶	长通道 Long path
			✓			(✓)
			✓			
✓			✓			
		✓		✓	✓	
	✓	✓		✓	✓	(✓)

并且用 100% He 取代100% N2.

struments

TPRWIN™软件

该软件在分析过程中，采集样品所产生的信号，以及相关温度和时间。

峰值分析包括：检测信号对温度的关系曲线（TPR），峰平均（脉冲滴定），自动峰选择（BET），自动坐标轴刻度变换，设置峰值偏差警告标记，以及自动显示图形，拖曳鼠标调整基线。

运行多次TPR/TPD后，软件包可以研究不同加热速率的效果，并将结果收集、储存成一个完整的文件。从储存文件中可以得到每个加热速率下所得信号对温度的关系曲线（TPR数据）以及根据基辛格方程计算活化能。

用户可以根据需要处理图形，重新调节比例，设置x, y轴的名称，变换线性/对数坐标，选择网格、图形标记、绘图线形、颜色以及图例等。而且，为了方便识别一系列的滴定峰，用户可以逐一改变峰形的颜色。

原始数据，图形，活化能计算报告，峰积分结果，脉冲滴定分析以及BET分析的最终结果都可以打印或复制/粘贴到其他的程序中。

化学吸附仪器配置选择指南

型号/功能概览		AS1C	AS1C-VP	AS1C-TCD	AS1C-MS	AS-1C-TCD-MS-VP	ChemBET 3000T
静态化学吸附		√	√	√	√	√	
动态化学吸附	TPD/TPR/TPO			√	√	√	√
	脉冲滴定			√		√	√
	离析气体鉴定				√	√	可选
蒸汽吸附			√			√	
物理吸附能力	等温线测定	√	√	√	√	√	√
	总孔体积测定	√	√	√	√	√	√
	比表面积计算	√	√	√	√	√	√
	介孔孔径分布	√	√	√	√	√	
	标准微孔方法	√	√	√	√	√	
	先进的，低压微孔分析	√	√	√	√	√	

康塔仪器公司在中国的服务

在康塔（Quantachrome）公司，可靠性不仅意味着产品的性能可靠，而且意味着能够承担责任。购买康塔公司的产品就意味着长期友好关系的开始，其宗旨是确保您的投资能够获得最大的回报。

康塔公司在中国的总代理——马尔文仪器公司负责全面的售后服务，另外在山东淄博设有康塔仪器维修站。通过马尔文公司在全国的办事处均可得到快速及时地问题答复。我们的员工可以为客户提供现场的安装和服务，及时的工厂维修以及电话咨询服务。康塔公司的技术专家对中国定期寻访，将帮助用户解决实践中碰到的问题。

网上技术支持：qc.service@quantachrome.com; jeffrey.yang@quantachrome.com



中国地区总代理

马尔文仪器有限公司

Website: www.quantachrome.com



Malvern Instruments Limited
Enigma Business Park
Grovedwood Road, Malvern
Worcestershire WR 141XZ, UK.
Tel: 44 0 1684 892456
Fax: 44 0 1684 892789
Website: www.malvern.com.cn

北京：
北京市复兴门外大街6号
光大大厦1701室
邮编：100045
电话：010-68561530
传真：010-68029962

上海：
徐汇区田州路99号
新安大楼13号楼101室
邮编：200233
电话：021-61133777
传真：021-61133778

广州：
天河区体育西路109号
高盛大厦11楼
邮编：510620
电话：020-38792133
传真：020-87545144

西安：
西安市长安北路
89号中信大厦15F
邮编：710061
电话：029-87983351
传真：029-87983353

成都：
成都市顺成大街308号
冠成广场27层K座
邮编：610017
电话：028-86528500 x8551
传真：028-86528502