



中国人民大学化学与生命资源学院  
SCHOOL OF CHEMISTRY AND LIFE RESOURCES, RENMIN UNIVERSITY OF CHINA

理化分析测试中心  
INSTRUMENTAL ANALYSIS CENTER (IAC)

# [全自动氮吸附比表面仪 BELSORP-Mini II] 操作指南

制作团队：吴禹, 黄沙, 熊英东

指导老师：杨旻

中国人民大学化学与生命资源学院

## 一、仪器基本信息



1. 仪器型号：全自动氮吸附比表面仪 BELSORP-Mini II
2. 生产厂家：大昌华嘉商业有限公司
3. 核心功能：快速测定固体样品的比表面积、孔径分析。适用于化学、材料科学等领域
4. 关键参数：比表面积：0.01 m<sup>2</sup>/g-无上限 (N<sub>2</sub>) 0.0005 m<sup>2</sup>/g-无上限 (Kr)（取决于样品密度）  
孔径分析范围：0.35-500 nm (CO<sub>2</sub>测试，最小孔径到 0.25 nm)

5. 放置位置：理工楼 114 实验室

6. 责任人：杨旻

## 二、操作前准备

### 2.1 人员要求

1. 操作人员需完成[全自动氮吸附比表面仪]专项培训并通过考核，持“仪器操作资格证”预约使用；
2. 操作人员需做好安全防护措施，戴好安全面罩，防护罩及低温手套。

### 2.2 仪器检查

外观检查：确认仪器外壳无破损、接口无松动，电源线/数据线连接牢固；

### 三、标准操作流程

#### 3.1 样品称量

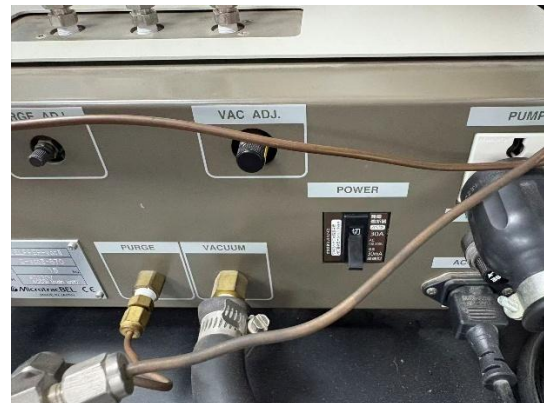
1. 样品管选取：根据待测样品质量选择体积合适的样品管，配置填充棒，防尘塞和胶帽；
2. 样品管称量：打开天平并清零，将全套样品管放置于天平正中央，待示数稳定后读取数值，关闭天平拉门，空白样品管质量记为  $m_1$ ；
3. 装样：打开样品管，取出填充棒，使用玻璃漏斗向样品管内装入干燥后的样品（避免样品沾壁），重新组装填充棒，防尘塞和胶帽；
4. 重新称量与计算：称量装有样品的样品管重量，记为  $m_2$ ；计算样品量  $m_2 - m_1$ （用于后续对比杂质去除量，非测量必须，建议记录）。

#### 3.2 样品预处理（真空加热）

1. 打开氮气气瓶，气瓶分压调节至 0.1 MPa。打开脱气站开关，将装样后的样品管去除胶帽连接到预处理装置的“加热端口”，按下“Port”按钮，按“VAC”抽真空，在 BELPREP-vac II 上设置合适的预处理温度（以不破坏样品为准，温度越高，预处理效果越好），按“HEAT”启动加热，待温度稳定并且压力指示灯全部亮起后，保持加热 3 小时以上（加热时间越长，预处理效果越好）。预处理结束后，按“HEAT”停止加热，将样品管转移到“冷却区”，待其冷却至室温后，按“PURGE”回填氮气。取下样品管并安装胶帽，称量“预处理后重量”，记为  $m_3$ ，计算“实际样品质量”= $m_3 - m_1$ ；
2. 关闭脱气站。



样品预处理的脱气站



脱气站开关

### 3.3 安装样品管

1. 打开氮气、氦气气瓶，气瓶分压调节均至 0.1 MPa；
2. 打开设备开关；
3. 将处理好的样品管和空样品管去除胶帽后，装在处理仪器的 1、2、3 号位置，其中 2 号位装空白管作为死体积，样品管装在 1、3 号位置。装样品管时将对应位置的旋钮旋下，取出堵头，按照垫圈、内层铁圈、外层旋钮由上到下的顺序套在样品管上方，旋紧在装置上。

### 3.4 测量参数设置

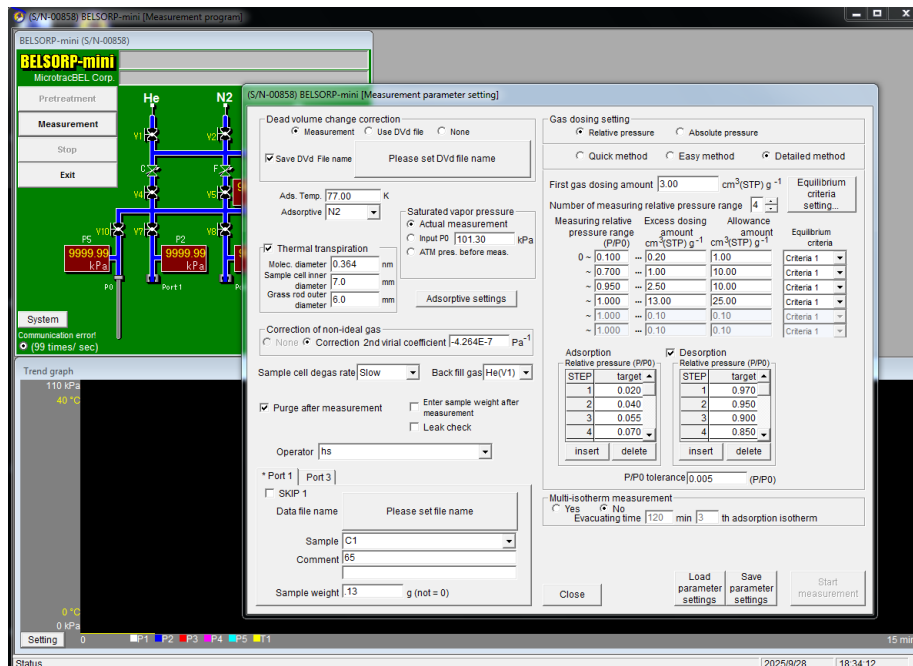
1. 进入操作软件 (BELSORP-mini), 按以下要求配置参数，核心参数及说明如下：

参数类别	配置要求
死体积校正	选择 “Measurement” （可按需保存为 DVd 文件，无需保存则不勾选 “Save DVd File name” ）
吸附条件	吸附温度 (Ads. Temp.) : 77.36 K; 吸附质 (Adsorptive) : N <sub>2</sub> ; 热传导校正: 分子直径 0.364 nm、样品管内径 7 mm、玻璃棒外径 6 mm

参数类别	配置要求
饱和蒸气压	选择“Actual measurement”（实际测量值，非输入固定值）
非理想气体校正	勾选“Non-ideality correction of ads. gas”，第二维里系数输入-4.264E-7 Pa <sup>-1</sup> （高相对压力区域影响显著）
样品管脱气速率	选择“Normal”（参考样品默认）；勾选“Purge after measurement”（测量后样品管恢复常压）；不勾选“测量后输入样品重量”（预处理已称重）
进样设置	气体进样模式：“Relative pressure”（相对压力）+“Detailed method”（详细模式）；首次进样量：3.00 cm <sup>3</sup> (STP) g <sup>-1</sup>
测量压力范围	设置4个相对压力区间，对应过量进样量、允许量及平衡判据（如下表）
平衡判据	推荐设置300秒，压力变化稳定在0.1 Pa内即判定平衡
吸附 / 脱附靶点	共35个相对压力靶点（P/P <sub>0</sub> 0.02-0.99），需勾选“Desorption”（脱附测量），P/P <sub>0</sub> 公差0.005
基础信息	输入操作员（Operator）、数据文件名（Data file name）、样品名（Sample）、样品重量（实际样品质量）

#### 4个相对压力区间参数示例：

相对压力范围 (P/P <sub>0</sub> )	过量进样量 (cm <sup>3</sup> (STP) g <sup>-1</sup> )	允许量 (cm <sup>3</sup> (STP) g <sup>-1</sup> )	平衡判据
0-0.010	3.00	1.00	Criteria 1
0.010-0.700	1.00	10.00	Criteria 1
0.700-0.950	2.50	10.00	Criteria 1
0.950-1.000	13.00	25.00	Criteria 4



设置参数界面

2. 在开始测试后, 系统弹出提示, 按照提示检查装置连接、添加液氮, 取下液氮杯, 在杜瓦瓶中加入适量液氮 (加入时注意做好防护), 加完液氮后将杜瓦瓶安装回装置上;
3. 下一步仪器会自动进行抽真空, 真空度到达一定值后, 液氮杜瓦瓶会按步骤缓慢上升, 此处需观察杜瓦瓶能否正常上升到最高处, 检查完全后仪器可自行测定, 中途需不时观察软件界面是否有提示或异常 (正常情况没有);
4. 测试完成, 得到样品的吸附脱附曲线;
5. 测量完成后, 取下样品管, 安装堵头, 关闭开关, 关闭气瓶。



全自动氮吸附仪



全自动氮吸附仪开关

#### 四、数据处理

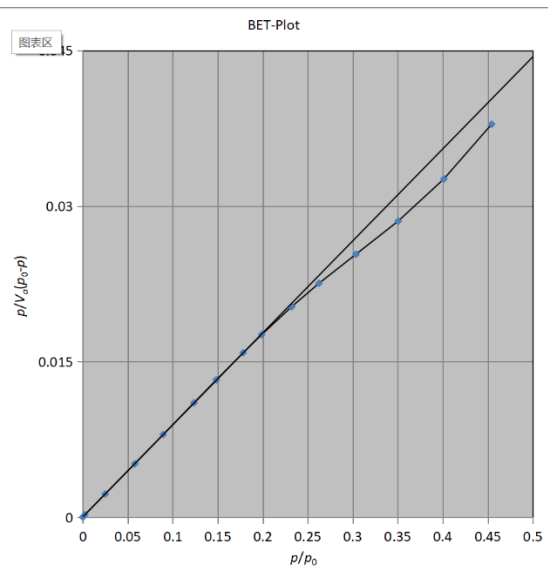
1. 打开数据处理软件（BELMaster）：测量完成后，数据自动保存在提前设置好的文件夹中。打开样品的吸附脱附曲线，点击屏幕上方的“Analysis”，选取下列中的“BET plot”，进行比表面积的数据处理。拟合数据时，选取的“End point”要使“ $p/p_0$ ”在 0.3 之内，选取的“starting point”应在 5 个点以内，使“C”的值为正值，并使拟合曲线的斜率尽可能接近 1；
2. 也可以在“Analysis”中进行孔径分布的分析，选择合适的拟合方法；
3. 分析完成后，点击“File”，选择“Report setting”，将左列的数据拖至生成的空白框中，点击“Report output”将处理完的数据输出并保存；
4. 完成后可在存储路径中找到导出的数据。

[BET plot]	
File Name	CB.DAT
Date of measurement	2016/5/4
Time of measurement	9:23:37
COMMENT1	CB
COMMENT2	whg
COMMENT3	300
COMMENT4	3H
Serial number	858
Version	

Sample weight	0.2266 [g]	Saturated vapor pressure	100.08 [kPa]
Standard volume	9.808 [cm <sup>3</sup> ]	Adsorption cross section area	0.162 [nm <sup>2</sup> ]
Dead volume	14.207 [cm <sup>3</sup> ]	File name of walladsorption	
Equilibrium time	0 [sec]	all adsorption correction value 1	
Adsorptive	N2	all adsorption correction value 2	
Apparatus temperature	0 [C]	Number of adsorption data	29
Adsorption temperature	77.000 [K]	Number of desorption data	17

Starting point	1
End point	9
Slope(Linear)	0.088702
Intercept(Linear)	0.000040601
Correlation coefficient	1
$V_m$	11.269 [cm <sup>3</sup> (STP) g <sup>-1</sup> ]
$a_{s,BET}$	49.046 [m <sup>2</sup> g <sup>-1</sup> ]
$C$	2185.7
Total pore volume( $p/p_0=0.990$ )	0.1985 [cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> ]
Mean pore diameter	16.193 [nm]

No	$p/p_0$	$p/V_a(p_0-p)$
0	0	0
1	0.00032991	0.000056007
2	0.0022139	0.00023066
3	0.024771	0.0022316
4	0.057763	0.005155
5	0.089378	0.0079778
6	0.1235	0.011036
7	0.1483	0.013243
8	0.1781	0.01585
9	0.1987	0.017603
10	0.2321	0.020302
11	0.2624	0.022554
12	0.3034	0.025348
13	0.3504	0.028553
14	0.4011	0.032613
15	0.4543	0.0379



数据示例图

### 五、常见故障处理

1. 物理吸附一般问题为仪器长时间停用，系统内管壁吸附较多杂质气体造成，通常建议用户手动对仪器抽真空 24 小时以上再进行操作；
2. 如果仪器有其他问题可通过软件内的 system check 进行检测，确定问题所在；
3. 另外连接仪器的气路压力需要正常，高纯氮和高纯氦的压力应为 0.1 MPa，气路不应存在漏气情况。

## 六、注意事项

1. 待测样品需提前真空干燥一定时间, 根据样品性质选择干燥温度;
2. 若大致知道样品比表面积, 可根据总比表面积 20-50 m<sup>2</sup> 来计算样品质量, 较大比表面积样品的质量一般不少于 0.2 g;
3. 对于未知比表面积的样品, 初次实验可选择样品管 1/2 的量进行测试;
4. 在加液氮之前, 先确保杜瓦瓶中以及我们的容器内干燥无水, 液氮必须先倒入塑料容器内, 再由塑料容器转移到杜瓦瓶内, 液氮液面不得超过 (液位计) 刻度线, 杜瓦瓶为玻璃易碎品, 避免碰撞和挤压;
5. 杜瓦瓶转移与放置过程中, 双手抱住杜瓦瓶缓慢移出桌面, 手托底部防摔伤, 缓慢放置于升降台并慢慢滑入 (避免碰触样品管); 回正杜瓦瓶使其准确落入升降台, 旋转把手与主机呈 45 度, 盖上屏蔽罩 (确保把手与屏蔽罩不干涉);
6. 根据样品的性质提前做好前处理 (脱气) 的温度和时间;
7. 熟知待测样品的性质, 特别是粉末样品, 若为超细粉末 (真真空易被抽走), 需提前告知仪器管理人员;
8. 需提前准备格式化 U 盘, 用于测试报告的拷贝;
9. 严格按照要求进行仪器相关操作, 测试中若有任何问题, 请及时咨询仪器管理人员;
10. 测试完成后, 如实填写《仪器设备使用记录本》。

## 七、维护与保养

实验结束后, 样品管的清洗要求将填充棒缓慢旋出样品管, 置于超声容器中, 将样品取出后, 使用试管刷清洗样品管, 样品管清洗干净后, 请接入纯水, 并将其放入超声仪器中进行超声 15 分钟,

超声结束后使用酒精润洗样品管，然后将酒精倒入废液桶，最后请将样品管放入烘箱内进行烘烤。实验结束后整理桌面，并在仪器及脱气站使用记录本上进行登记，如需带走样品管进行清洗，请务必告知技术员，并及时归还。