



## คู่มือปฏิบัติงาน

### เรื่อง

การใช้งานเครื่องวัดพื้นที่ผิวและความพรุนของอนุภาค รุ่น TRISTAR II PLUS  
ฉบับปรับปรุง ครั้งที่ 1

### จัดทำโดย

นางสุภาพ วุฒิพันธุ์

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา

# คู่มือปฏิบัติงาน

## เรื่อง

การใช้งานเครื่องวัดพื้นที่ผิวและความพรุนของอนุภาค รุ่น TRISTAR II PLUS  
ฉบับปรับปรุง ครั้งที่ 1

## จัดทำโดย

นางสุภาพ วุฒิพันธุ์

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ขวัญกมล ขุนพิทักษ์)

คณบดีคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

วันที่ มีนาคม 2567

## คำนำ

วัตถุประสงค์ของการจัดทำคู่มือปฏิบัติงานหลักเล่มนี้ เกี่ยวกับการใช้งานเครื่องวัดพื้นที่ผิวและความพรุนของอนุภาค เป็นเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิว (Surface area) และความพรุน (Pore size distribution) ของอนุภาค โดยอัตโนมัติ ใช้หลักการวัดปริมาณก๊าซที่ถูกดูดซับบนผิวของอนุภาคแบบ STATIC VOLUMETRIC GAS ADSORPTION METHOD) สามารถใช้กับงานทางด้าน Pharmaceuticals, Ceramics, Activated Carbons, Carbon Black, Catalyst, Paints and Coatings, Projectile Propellant, Medical Implants, Electronics, Cosmetics, Aerospace, Geoscience, Nanotubes, Fuel Cells.

หลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาวิทยาศาสตร์ประยุกต์เชิงอุตสาหกรรม(ฟิสิกส์) คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา จึงได้จัดซื้อเครื่องวัดพื้นที่ผิวและความพรุนของอนุภาค รุ่น TRISTAR II PLUS โดยมีวัตถุประสงค์ให้นักศึกษา อาจารย์ได้ศึกษาพื้นที่ผิว (Surface area) และความพรุน (Pore size distribution) ของอนุภาค ซึ่งสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในการศึกษาวิจัยด้านวัสดุศาสตร์ เพื่อผลิตชิ้นงาน และเพื่อประโยชน์งานด้านบริการวิชาการแก่สังคมได้ในอนาคต

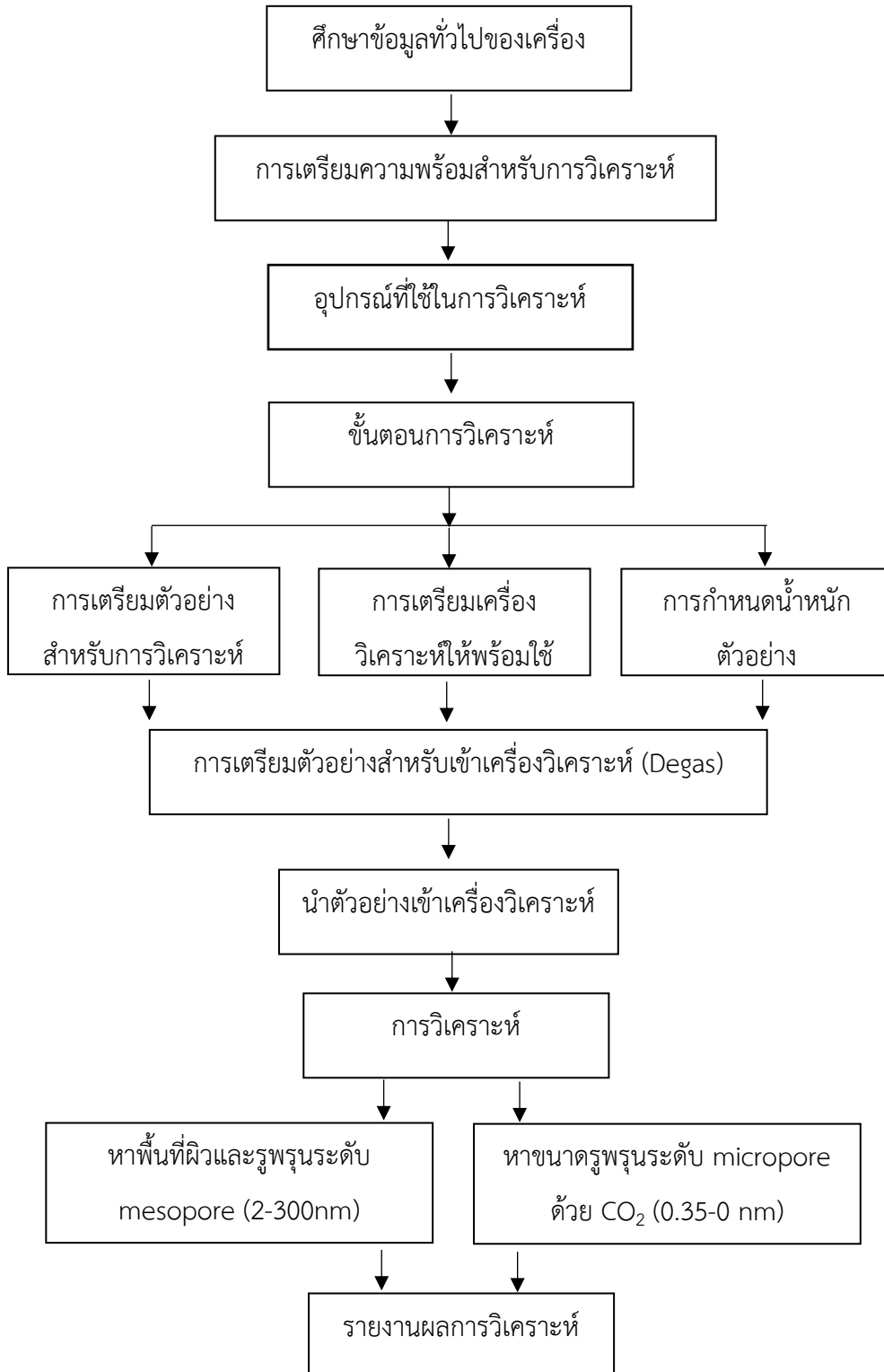
สุดท้ายนี้ข้าพเจ้าขอขอบคุณผู้ทรงคุณวุฒิทุกท่านที่ให้ความรู้และให้คำแนะนำด้วยดีมาตลอด ในการจัดทำคู่มือปฏิบัติงานหลักและขอขอบพระคุณมหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา จังหวัดสงขลา เป็นอย่างยิ่งที่สนับสนุนและส่งเสริมให้มีการจัดทำคู่มือปฏิบัติงานหลักเล่มนี้ขึ้นมา โดยเฉพาะอย่างยิ่งผู้อำนวยการสำนักงานอธิการบดี คณบดีคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี อาจารย์ทุกท่านและเพื่อนร่วมงานทุกคนที่เป็นกำลังใจให้จัดทำคู่มือปฏิบัติงานหลักเล่มนี้เสร็จสิ้นลงได้ด้วยดี

นางสุภาพ วุฒิพันธุ์  
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการ  
มีนาคม 2567

## สารบัญ

เรื่อง	หน้า
คำนำ	ก
สารบัญ	ข
<b>การใช้งานเครื่องวัดพื้นที่ผิวและความพรุนของอนุภาค</b>	
แผนภูมิขั้นตอนการใช้งานเครื่องวัดพื้นที่ผิวและความพรุน ของอนุภาค	1
ขั้นตอนการปฏิบัติงาน	2
<b>ข้อมูลทั่วไปของเครื่อง</b>	3
ส่วนประกอบของเครื่อง ด้านหน้า	3
ส่วนประกอบแผงด้านข้าง	3
ส่วนประกอบด้านหลัง	4
<b>การเตรียมความพร้อมสำหรับการวิเคราะห์</b>	
อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์	7
ขั้นตอนการวิเคราะห์	8
การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์	8
การเตรียมเครื่องวิเคราะห์ให้พร้อมใช้งาน	8
การกำหนดน้ำหนักตัวอย่าง	12
การเตรียมตัวอย่างสำหรับเข้าเครื่องวิเคราะห์ (Degas)	13
นำตัวอย่างเข้าเครื่องวิเคราะห์	18
การวิเคราะห์	22
หาพื้นที่ผิวและรูพรุนระดับ mesopore (2-300nm)	22
หาขนาดรูพรุนระดับ micropore ด้วย CO <sub>2</sub> (0.35-0 nm)	49
รายงานผลการวิเคราะห์	54

# แผนภูมิขั้นตอนการใช้งานเครื่องวัดพื้นที่ผิวและความพรุนของอนุภาค รุ่น TRISTAR II PLUS



## ขั้นตอนการปฏิบัติงาน

### การใช้งานเครื่องวัดพื้นที่ผิวและความพรุนของอนุภาค

#### รุ่น TRISTAR II PLUS ฉบับปรับปรุงครั้งที่ 1

เครื่องวัดพื้นที่ผิวและความพรุนของอนุภาค เป็นเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิว (Surface area) และความพรุน (Pore size distribution) ของอนุภาค โดยอัตโนมัติ ใช้หลักการวัดปริมาณก๊าซที่ถูกดูดซับบนผิวของอนุภาคแบบ STATIC VOLUMETRIC GAS ADSORPTION METHOD) สามารถใช้กับงานทางด้าน Pharmaceuticals, Ceramics, Activated Carbons, Carbon Black, Catalyst, Paints and Coatings, Projectile Propellant, Medical Implants, Electronics, Cosmetics, Aerospace, Geoscience, Nanotubes, Fuel Cells.

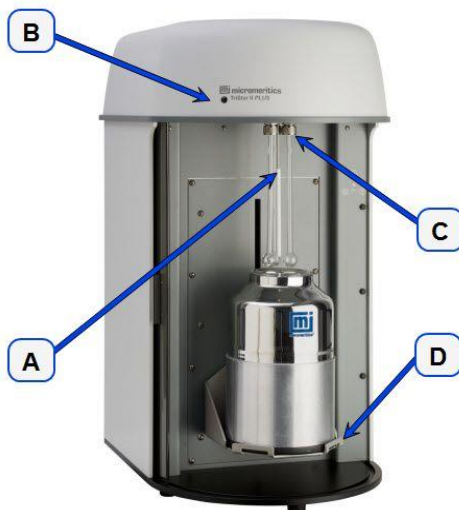
หลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิทยาศาสตร์ประยุกต์เชิงอุตสาหกรรม(ฟิสิกส์) คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา จึงได้จัดซื้อเครื่องวัดพื้นที่ผิวและความพรุนของอนุภาค รุ่น TRISTAR II PLUS โดยมีวัตถุประสงค์ให้นักศึกษา อาจารย์ได้ศึกษาพื้นที่ผิว (Surface area) และความพรุน (Pore size distribution) ของอนุภาค ซึ่งสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในการศึกษาวิจัยด้านวัสดุศาสตร์ เพื่อผลิตชิ้นงาน และเพื่อประโยชน์งานด้านบริการวิชาการแก่สังคมได้ในอนาคต

เพื่อเป็นการส่งเสริมให้การใช้งานเครื่องวัดพื้นที่ผิวและความพรุนของอนุภาค รุ่น TRISTAR II PLUS ได้ใช้งานได้อย่างมีประสิทธิภาพ และความถูกต้อง จึงได้จัดทำคู่มือปฏิบัติงานดังกล่าวนี้ขึ้น

## การใช้งานเครื่องวัดพื้นที่ผิวและความพรุนของอนุภาค รุ่น TRISTAR II PLUS

### 1. ส่วนประกอบของเครื่อง

#### a. ส่วนประกอบของเครื่อง ด้านหน้า



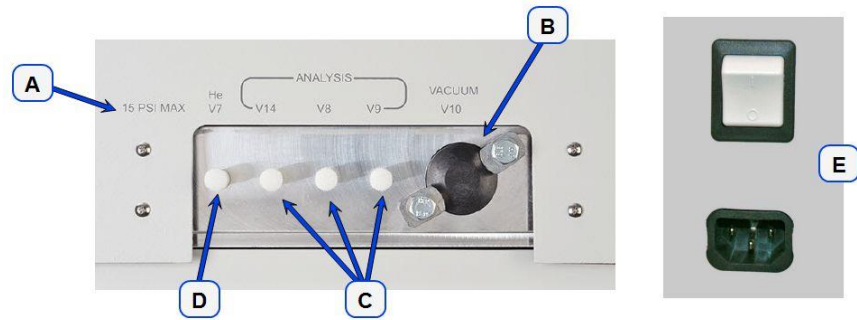
ส่วนประกอบ		คำอธิบาย
A	หลอด P <sub>0</sub>	สำหรับวัดค่าอิมิตัว
B	ไฟแสดงสถานะ	ไฟจะสว่างเมื่อเครื่องวิเคราะห์พร้อมใช้งาน
C	ที่ใส่ตัวอย่าง	สำหรับติดตั้งหลอดตัวอย่าง 3 หลอด
D	ลิฟต์	ช่วยให้วาง Dewar วั้รอบๆ ตัวอย่างและหลอด P <sub>0</sub> ลิฟต์จะถูกยกขึ้นโดยอัตโนมัติเมื่อเริ่มการวิเคราะห์ และลดลงโดยอัตโนมัติเมื่อเสร็จสิ้น ในระหว่างการวิเคราะห์ ลิฟต์อาจลดระดับลงหลังจากการวัดพื้นที่ว่าง เพื่อให้สามารถวิเคราะห์ได้ หลังจากนั้นจึงยกขึ้นและเริ่มทำการวิเคราะห์

#### b. ส่วนประกอบแผงด้านข้าง



ส่วนประกอบ		คำอธิบาย
A	Ethernet Port	สายเคเบิลสำหรับเชื่อมต่อระหว่างเครื่องวิเคราะห์กับเครื่องคอมพิวเตอร์
B	RS232 Port	ใช้หรับรับเชื่อมต่อ Smart Prep

### c. ส่วนประกอบด้านหลัง



ส่วนประกอบ		คำอธิบาย
A	แรงดันเข้าสูงสุด	ระบุแรงดันขาเข้าสูงสุดที่สามารถใช้ได้
B	ขั้วต่อปั๊มสุญญากาศ	สำหรับติดต่อบั๊มสุญญากาศ
C	วาล์วทางเข้าแก๊สฮีเลียม	ทางเข้าสำหรับฮีเลียม
D	วาล์วทางเข้าก๊าซ	ทางเข้าสำหรับก๊าซวิเคราะห์
E	ขั้วต่อสายไฟและสวิตช์ไฟ	สำหรับเชื่อมต่อเครื่องวิเคราะห์กับแหล่งจ่ายไฟและการเปิดปิดเครื่องวิเคราะห์

### การเตรียมความพร้อมสำหรับการวิเคราะห์

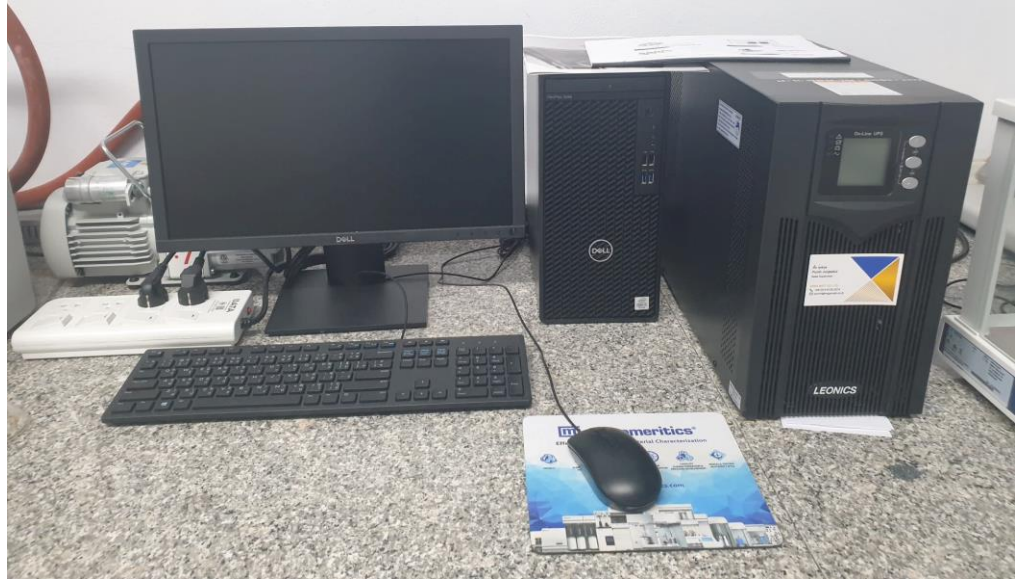
#### 2.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์

- 1) เครื่องวัดความพรุน รุ่น TRISTAR II PLUS





2) เครื่องคอมพิวเตอร์พร้อมเครื่องสำรองไฟ



3) หลอดใส่ตัวอย่างเปล่า (Blank sample tube)



4) Filler rod



5) เครื่องชั่งความละเอียด 4 ตำแหน่ง



6) Isothermal Jackets



7) Dewar



8) ไนโตรเจนเหลว และถัง



9) แก๊สไนโตรเจน,แก๊สอาร์กอน, และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์



## ขั้นตอนการวิเคราะห์

### การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์

#### 1. การทำความสะอาดหลอดใส่ตัวอย่าง

- 1.1 อบหลอดใส่ตัวอย่างที่อุณหภูมิ 110 องศา โดยมีวิธีการทำความสะอาดหลอดใส่ตัวอย่างดังต่อไปนี้
- 1.2 เปิดเตาอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส
- 1.3 เตรียมเครื่องอัลตราโซนิก
- 1.4 ใช้น้ำยาทำความสะอาด 5 มิลลิลิตร ต่อน้ำ 500 มิลลิลิตร ผสมในน้ำอุ่น ใส่เครื่องอัลตราโซนิก ใส่หลอดใส่ตัวอย่างและเปิดเครื่อง อัลตราโซนิกประมาณ 15 นาที
- 1.5 นำหลอดใส่ตัวอย่างออกจากเครื่องอัลตราโซนิกและตรวจสอบความสะอาด
- 1.6 นำหลอดใส่ตัวอย่างอบในตู้อบที่ความร้อน 110 องศาเซลเซียส จำนวน 2 ชั่วโมง และเมื่อครบ 2 ชั่วโมงนำหลอดใส่ตัวอย่างออกจากตู้อบรอให้เย็น

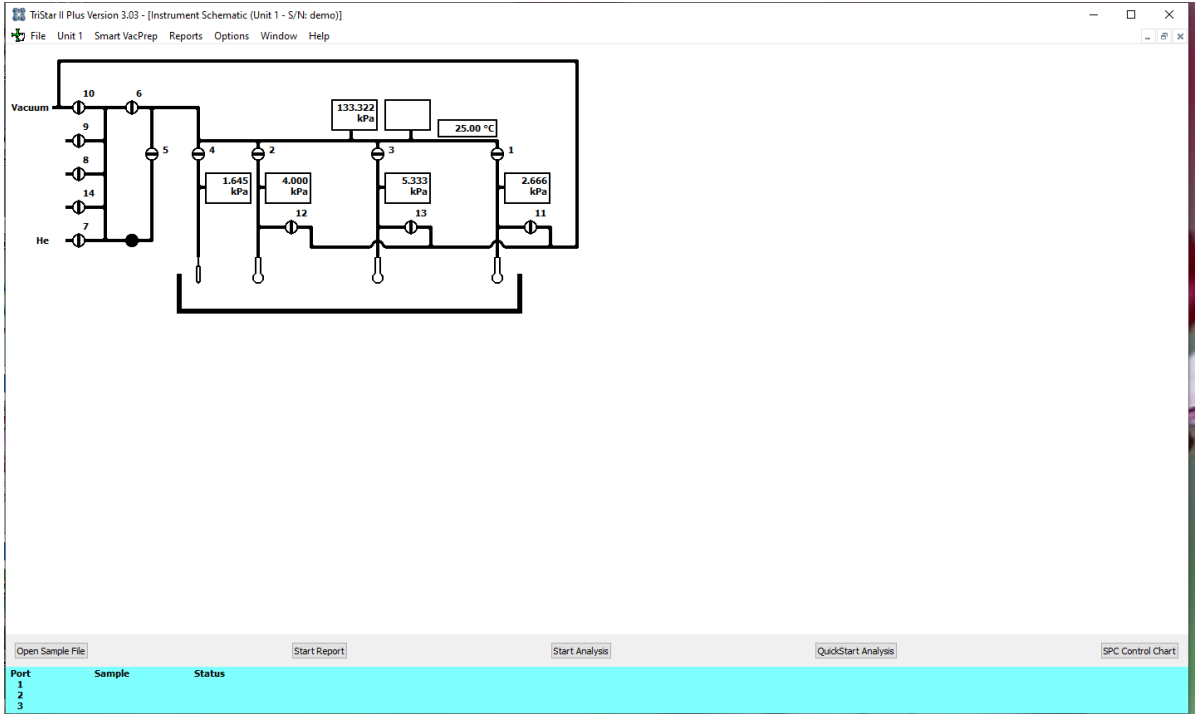


รูปแสดงการล้างหลอดใส่ตัวอย่าง

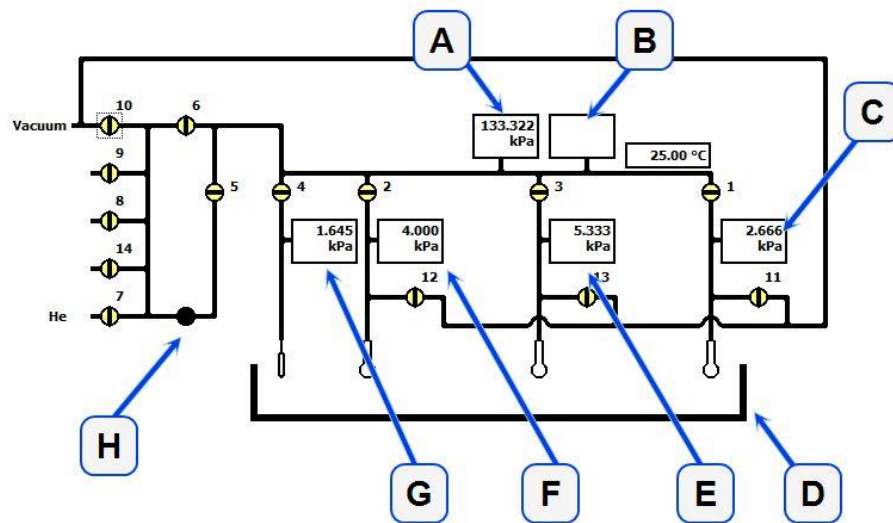
#### 2. การเตรียมเครื่องวิเคราะห์ให้พร้อมสำหรับการใช้งาน

- 2.1 เปิดเครื่อง TriStar II Plus และดำเนินการเปิดโปรแกรมและเปิดวาวแก๊สเพื่อให้เครื่องพร้อมใช้งาน (เปิดวาวถังแก๊สไนโตรเจน, วาวถังแก๊สอาร์กอน, วาวถังแก๊สคาร์บอน)
- 2.2 เปิดเครื่อง TriStar II Plus
- 2.3 เปิดเครื่องคอมพิวเตอร์
- 2.4 เปิดโปรแกรมสำหรับการวิเคราะห์ โดยการ Dabble Click เปิดโปรแกรม TriStar II Plus จะปรากฏหน้าต่างของโปรแกรมวิเคราะห์ แสดงวาวแก๊ส





ส่วนประกอบของหน้าต่างต่างโปรแกรมวิเคราะห์

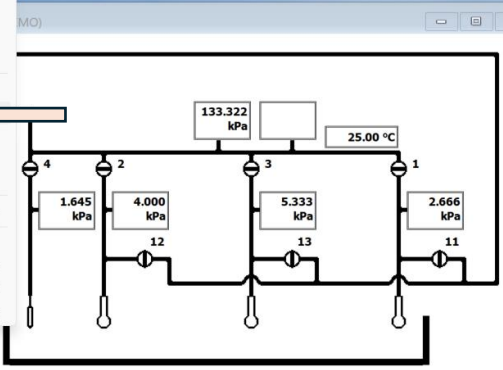


สัญลักษณ์	คำอธิบาย	สัญลักษณ์	คำอธิบาย
A	10 Torr Transducer (แสดงเฉพาะหน่วย คริปทอน)		สีเขียว คือ เปิดวาล์ว
B	1000 Torr Manifold Transducer		สีเหลือง คือ วาล์วปิด เมื่อปิดใช้งานการควบคุม ด้วยตนเอง วาล์วปิดจะปรากฏเป็นสีเขียว
C	ตัวแปลงสัญญาณ พอร์ต 3		เซอร์โววาล์วปิด
D	ลิฟต์		เซอร์โววาล์วเปิด
E	ตัวแปลงสัญญาณ พอร์ต 2		ลิฟต์
F	ตัวแปลงสัญญาณ พอร์ต 1		หลุดตัวอย่าง ไม่สามารถควบคุมได้ด้วย ตนเอง
G	P0 ทรานสดิวเซอร์	 ตัวเลือกวาล์ว	เปิด/ปิดวาล์วที่เลือก ใช้เปิดปิดวาล์วอย่าง รวดเร็วเพื่อให้การทำงานดำเนินการที่ละน้อย
H	เซอร์วาล์ว	 ตัวเลือกลิฟต์	คลิกขวาที่ไอคอนลิฟต์ เลือก Raise ลิฟต์ยกขึ้น

## 2.5 ไปที่ Unit 1 เลือก Show Instrument Schematic

TriStar II Plus Version 3.04  
File Unit 1 Smart VacPrep Reports Options Window Help

Sample Analysis...  
QuickStart Analysis...  
Krypton Analysis...  
Empty Tube Analysis...  
Sample Tube Free Space...  
Enable Manual Control  
Show Instrument Schematic ←  
Show Dashboard  
Show Status  
Show Instrument Log  
Degas >  
Unit Configuration... >  
Diagnostics >  
Calibration >  
Service Test >



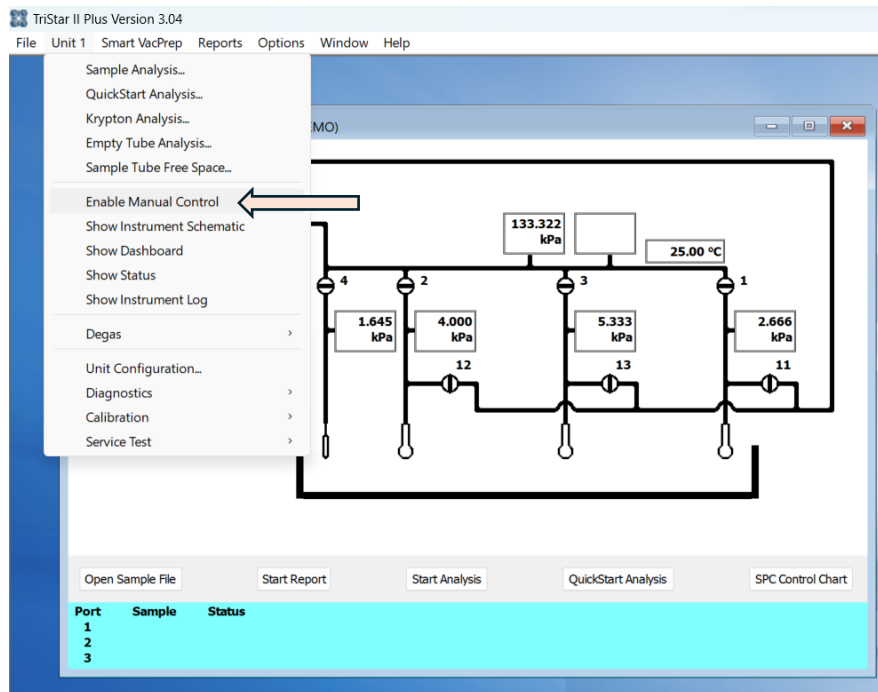
133.322 kPa  
25.00 °C  
1.645 kPa  
4.000 kPa  
5.333 kPa  
2.666 kPa  
11  
12  
13

Open Sample File Start Report Start Analysis QuickStart Analysis SPC Control Chart

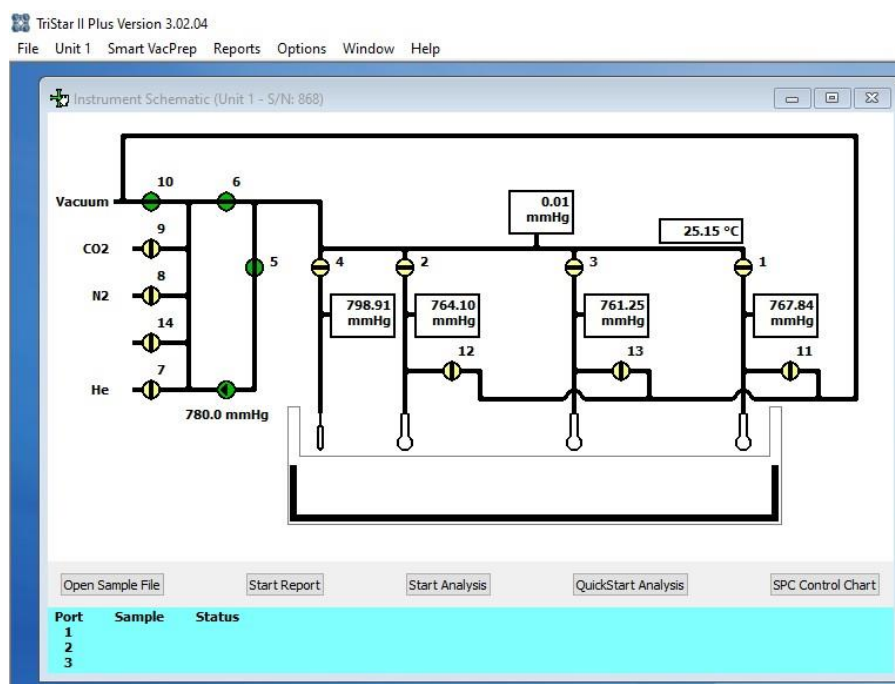
Port	Sample	Status
1		
2		
3		



2.6 ไปที่ Unit 1 คลิก Enable Manual Control เพื่อเปิดสถานะวาวแก๊สให้มีสีเหลือง (พร้อมใช้งาน)



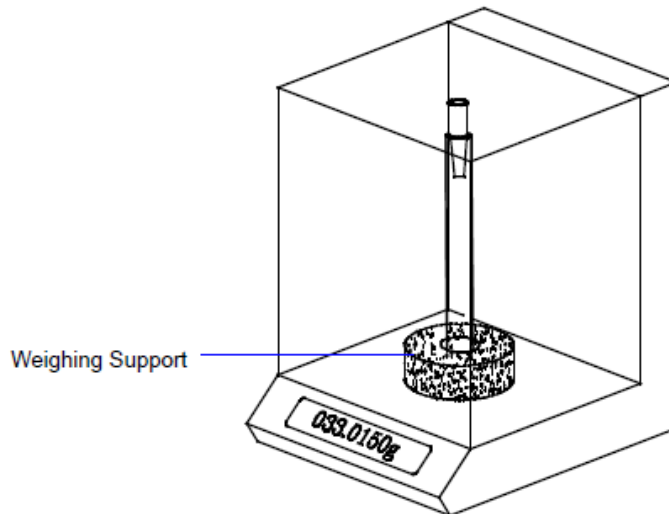
2.7 คลิกเปิดวาวแก๊สโดยดับเบิลคลิกที่วาวหมายเลขที่ 5,6,10 (แสดงสีเขียว) เพื่อเป็นการเตรียมเครื่องวิเคราะห์ให้พร้อมใช้งาน แสดงดังรูป เมื่อดำเนินขั้นตอนที่ 2.1-2.6 เรียบร้อยแล้วให้ดำเนินการเตรียมตัวอย่างเข้าเครื่องวิเคราะห์



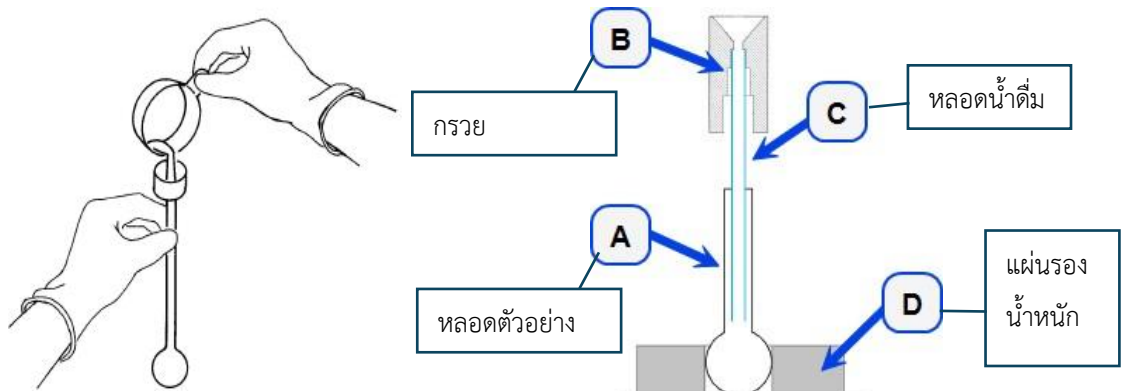
### 3. กำหนดน้ำหนักตัวอย่าง

โดยมีขั้นตอนและวิธีการดังต่อไปนี้

- 3.1 จดบันทึกข้อมูลและกำหนดรหัสของตัวอย่างลงบนแบบบันทึกข้อมูล
- 3.2 วางตัวรองรับน้ำหนักตัวอย่างไว้บนเครื่องชั่ง และตั้งค่าให้น้ำหนักเป็น 0
- 3.3 ชั่งน้ำหนักหลอดใส่ตัวอย่างเปล่า พร้อมกับจุกยางปิด =  $x$  g (วัดซ้ำ 3 ครั้งแล้วหาค่าเฉลี่ย) บันทึกค่า



- 3.4 ชั่งน้ำหนักตัวอย่างประมาณ 0.2 กรัม แล้วเทลงในหลอดใส่ตัวอย่าง



Note. หลอดน้ำดื่มเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 6 มม. และยาวกว่าหลอดทดลอง

- 3.5 ชั่งน้ำหนักตัวอย่าง + หลอดใส่ตัวอย่าง + จุกยาง (ก่อนการ degas) =  $y$  g (จดบันทึก)
- 3.6 นำหลอดใส่ตัวอย่างไปทำการ degas ด้วยเครื่องเตรียมตัวอย่าง (VacPrep) (ขั้นตอนการ degas ดูได้จากขั้นตอนการเตรียมตัวอย่าง)



3.7 ชั่งน้ำหนักตัวอย่าง + หลอดใส่ตัวอย่าง + จุกยาง (หลังจาก degas) = z g (จดบันทึก)

3.8 จะได้น้ำหนักที่แท้จริงในการวิเคราะห์ (นำข้อมูลที่ได้อัปบันทึกลงในโปรแกรมสำหรับการวิเคราะห์)

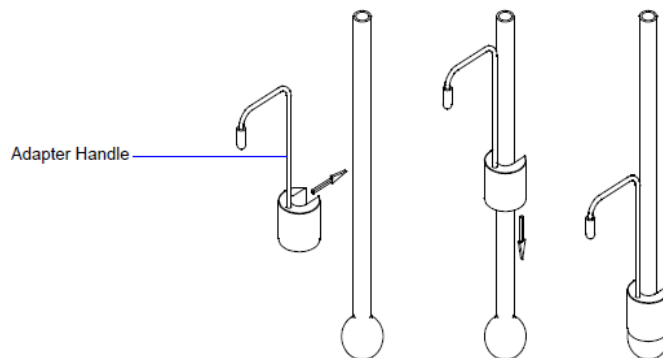
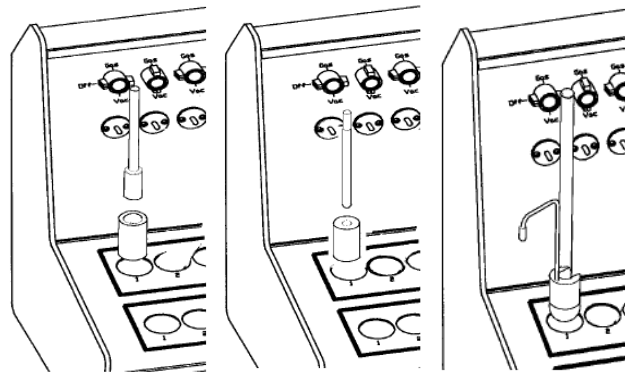
#### 4. ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างสำหรับเข้าเครื่องวิเคราะห์ (Degas)

วัตถุประสงค์ในการทำ Degas ก็เพื่อที่จะไล่แก๊สอื่น หรือความชื้นที่ปนเปื้อนอยู่ในตัวอย่างออกก่อน เป็นการทำความสะอาดพื้นที่ผิว (surface and pore) ทั้งหมดก่อนทำการวิเคราะห์

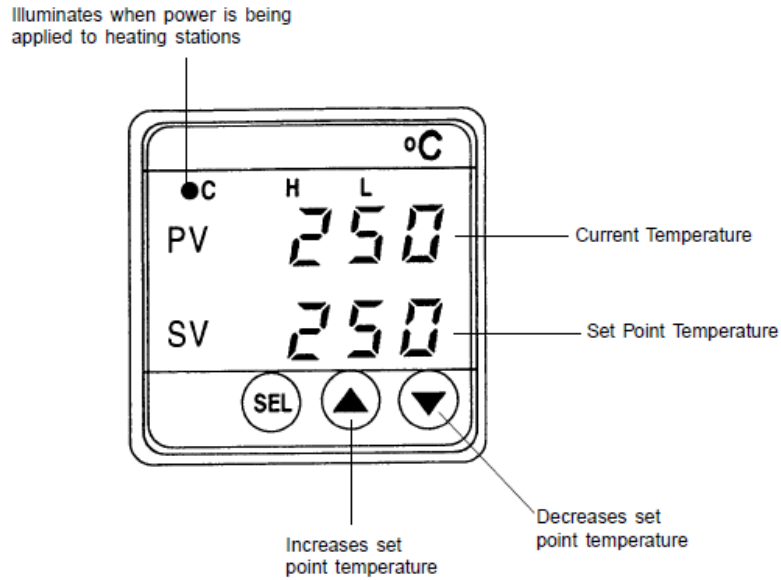
ขั้นตอนการทำ Degas มีดังต่อไปนี้

4.1 สวมถุงมือทุกครั้งสัมผัส sample tube เพื่อป้องกันไม่ให้ไขมันที่มือไปติดที่ sample tube เพราะจะทำให้น้ำหนักเปลี่ยนได้

4.2 ใส่ adaptor เข้าไปในส่วนของช่องให้ความร้อน (heat station) ทั้ง 6 ซึ่ง adaptor ที่ใส่จะขึ้นอยู่กับชนิดของ sample tube ที่ใช้ ดังภาพ



4.3 โดยปรับตั้งอุณหภูมิได้ที่แผงควบคุมที่อยู่ด้านขวามือบนตัวเครื่อง โดยปรับอุณหภูมิขึ้นหรือลงด้วยปุ่ม โดยลูกศรดังภาพ



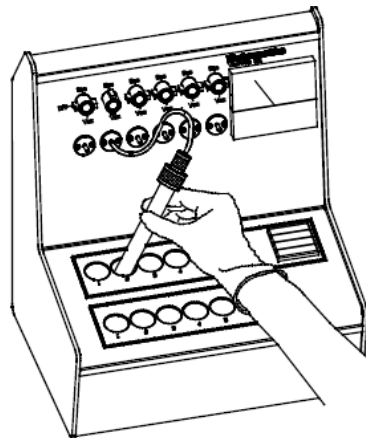
4.4 เครื่องเตรียมตัวอย่าง (VacPrep) ซึ่งสามารถเลือกใช้ระบบการ Degas ได้ 2 แบบคือ

4.1.1 แบบใช้ Vacuum เหมาะกับตัวอย่างที่ไม่มีการฟุ้งกระจายด้วยแรงดูด

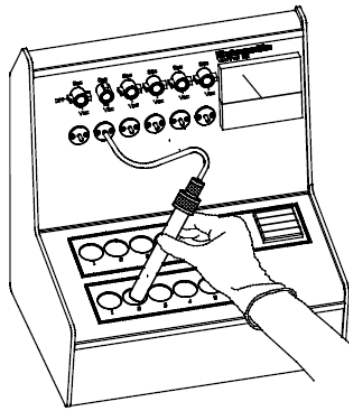
4.1.2 แบบการใช้ Nitrogen gas flow เหมาะกับตัวอย่างที่มีความชื้นสูง หรือฟุ้งกระจายได้ง่าย ถ้าตัวอย่างมีความชื้นสูงมาก สามารถปรับอัตราการไหลของแก๊สให้สูงขึ้นได้ถึง 50 cm<sup>3</sup>/min (ประมาณ 16 psi regulator pressure) โดยมีวิธีการเตรียมตัวอย่างดังต่อไปนี้

#### Degas แบบใช้ Vacuum

- นำ sample tube ที่ใส่ตัวอย่างและชั่งน้ำหนักเรียบร้อยแล้วมาประกอบเข้ากับเกลียว vacuum fitting โดยหมุนเกลียวให้แน่นแบบตึงมือ อย่าขันจนแน่นเกินไปเพราะอาจทำให้ sample tube แตกได้



- 2) ให้อัด sample tube ที่ประกอบเข้ากับเครื่อง VacPrep อยู่นอกช่องให้ความร้อนเพื่อตรวจสอบดูตัวอย่างว่ามีการฟุ้งขึ้นหรือไม่ เพื่อที่จะหยุดทำ Vacuum ได้อย่างรวดเร็วเมื่อเกิดลักษณะดังกล่าว
- 3) ให้หมุนปุ่ม VAC/GAS Control ไปที่ตำแหน่งปิด (off) ถ้าไม่ได้อยู่ที่ตำแหน่งนี้แต่เดิม
- 4) ค่อย ๆ หมุนปุ่ม VAC/GAS Control ไปที่ตำแหน่งเปิด (on) เพื่อป้องกันไม่ให้ตัวอย่างถูกดูดเข้าไปในตัวเครื่อง หากพบว่าตัวอย่างถูกดูดเข้าไปในเครื่อง ให้หมุนปุ่ม VAC/GAS Control ไปที่ตำแหน่งปิดทันที
- 5) เมื่อ vacuum gauge อ่านค่าได้ที่ 100 Millitorr (100  $\mu$ mHg) หรือน้อยกว่า แล้ว ให้หมุนปุ่ม VAC/GAS Control ไปที่ตำแหน่ง Vacuum ใดๆ ก่อนที่จะเกิดการฟุ้งของ
- 6) นำ sample tube ใส่เข้าไปในช่องให้ความร้อนตามค่าที่ตั้งไว้ให้เหมาะกับแต่ละตัวอย่าง โดยทั่วไปจะให้ความร้อนประมาณ 1-2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ  $> 200$  °C
- 7) เมื่อครบเวลาให้ย้าย sample tube ออกจากช่องให้ความร้อนมาวางไว้ในช่องด้านหน้าเพื่อลดอุณหภูมิลง (Cooling station) ซึ่งยังคงทำการ Vacuum ตัวอย่างอยู่ ทั้งนี้เกลียวต่อกับ Vacuum อาจมีความร้อนสูงให้ใส่ถุงมือผ้าฝ้าย (Cotton gloves) ในการจับ sample tube



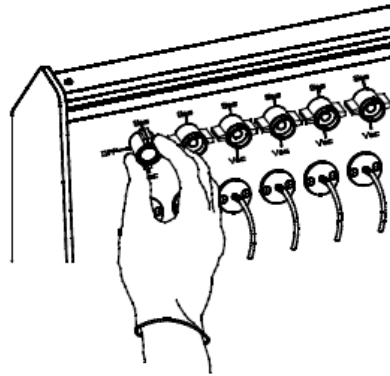
\*ในการทำ Backfill เพิ่มแรงดันเข้าไปใน sample tube เพื่อให้สามารถถอด sample tube ออกได้นั้น แนะนำให้ใส่แรงดันได้สูงสุดไม่เกิน 5 psig (35 kPag) ถ้าใส่แรงดันสูงกว่านี้อาจทำให้ sample tube หลุดออกจากข้อต่อหรือแตกได้

- 8) เมื่อ sample tube เย็นลงเพียงพอแล้ว ให้หมุนปุ่ม VAC/GAS control ไปที่ตำแหน่งปิด แล้วหมุนต่อไปที่ตำแหน่งเปิด Gas ตามลำดับ ปลอ่ยให้แก๊สไหลผ่านตัวอย่างประมาณ 30 วินาที จึงหมุนปุ่ม VAC/GAS control ไปที่ตำแหน่งปิด
- 9) คลายเกลียวข้อต่อเพื่อถอด sample tube ออก แล้วปิดด้วยจุกยาง (stopper) ทันที

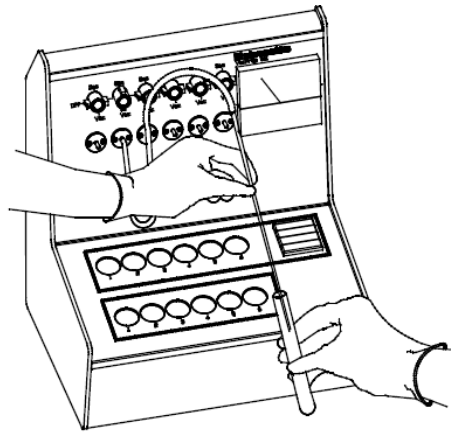
- 10) วางเกลียวข้อต่อเข้า vacuum นี้ลงในช่องลดอุณหภูมิด้านหน้า (Cool station) เพื่อรอตัวอย่างถัดไป
- 11) ชั่งน้ำหนักตัวอย่างรวมกับจุกยางอีกครั้งเพื่อให้ได้น้ำหนักตัวอย่างที่แน่นอนหลัง degas

#### Degas แบบใช้ Nitrogen gas flow

- 1) ตั้งค่าอุณหภูมิที่ต้องการทำ Degas ไว้ก่อน
- 2) หมุนปุ่ม VAC/GAS control ไปที่ตำแหน่งเปิด Gas



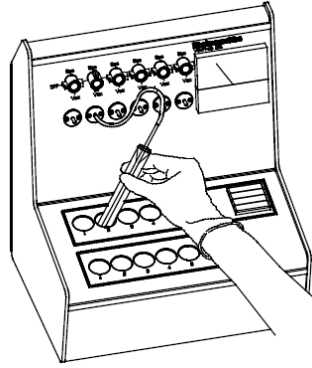
- 3) เช็ดท่อสำหรับส่งแก๊สไปยังตัวอย่างให้สะอาด จากนั้นเปิดจุกยางที่ปิด sample tube ออก แล้วใส่ท่อส่งแก๊สนี้เข้าไป อย่าทิ่มเข้าไปในตัวอย่างในแนวตรงเพราะอาจทำให้ตัวอย่างอุดตันท่อแก๊สนี้ได้ ให้เอียงใส่ท่อแก๊สนี้ดังภาพ



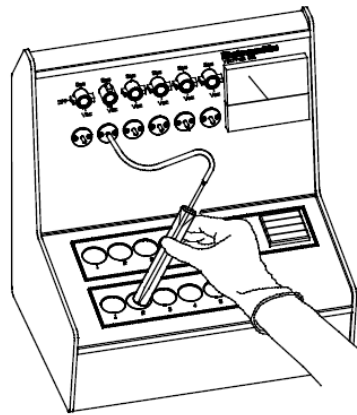
- 4) ใส่จุกยางปิดลงบน sample tube อย่างหลวม ๆ เพื่อป้องกันไม่ให้อากาศหรือความชื้นจากด้านนอกเข้าไป แต่ก็ต้องปิดอย่างหลวม ๆ เพื่อให้อากาศหรือสิ่งปนเปื้อนอื่น ๆ ที่อยู่ในตัวอย่างได้ไหลออกมาพร้อมแก๊สไนโตรเจนได้ด้วย

\*ไม่จำเป็นต้องปิดด้วยจุกยางหากใช้ sample tube ที่มีขนาดช่องด้านใน 5 มิลลิเมตร

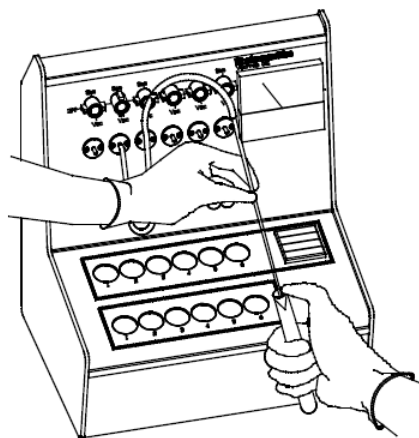
- 5) ยก sample tube ใส่ลงในช่องให้ความร้อนซึ่งได้ใส่ adaptor ที่เหมาะสมอยู่ในช่องแล้ว



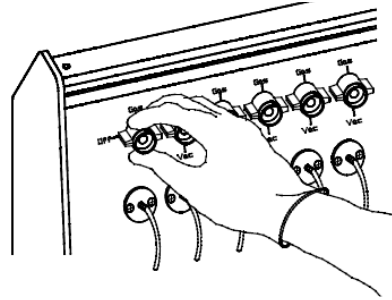
- 6) ปล่อยให้ตัวอย่าง degas และให้ความร้อนประมาณ 1-2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ  $> 200\text{ }^{\circ}\text{C}$  เมื่อครบเวลา ให้ย้าย sample tube ออกจากช่องให้ความร้อนมาวางไว้ในช่องด้านหน้าเพื่อลดอุณหภูมิลง (Cooling station) ซึ่งยังคงให้แก๊สไนโตรเจนไหลผ่าน ตัวอย่างอยู่



- 7) เมื่อลดอุณหภูมิได้ตามต้องการแล้วให้ยก sample tube ออกจาก cooling station แล้วค่อยๆ ดึงท่อส่งแก๊สออกอย่างช้า ๆ แล้วปิด sample tube ด้วยจุกยางให้แน่นทันที



- 8) หมุนปุ่ม VAC/GAS control ไปที่ตำแหน่งปิด แล้วเช็ดทำความสะอาดท่อส่งแก๊สด้วยผ้าสะอาดแล้ว ใส่ท่อแก๊สนี้ลงในช่อง cooling station ด้านหน้าเพื่อรอใช้กับตัวอย่างอื่นต่อไป



9) ชั่งน้ำหนักตัวอย่างพร้อมกับจุกยางอีกครั้งเพื่อให้ได้น้ำหนักตัวอย่างหลังทำ Degas

10) นำตัวอย่างไปใส่ที่ตัวเครื่อง TriStar เพื่อรอการวิเคราะห์ต่อไป

หากผลการวิเคราะห์ออกมาว่าตัวอย่างมีพื้นที่ผิวค่อนข้างน้อย อาจได้ Isotherm ที่ไม่ถูกต้อง ให้ทำการวิเคราะห์ซ้ำตั้งแต่แรก โดยใส่ Filler rod (แท่งแก้ว) เข้าไปใน sample tube ก่อนติดตั้งเข้าไปที่ตัวเครื่อง TriStar เพื่อทำการวิเคราะห์

## 5. นำตัวอย่างเข้าเครื่องวิเคราะห์

### การติดตั้งตัวอย่าง

หลังจากทำ Degas ตัวอย่างเสร็จแล้ว ให้ทำตามขั้นตอนดังต่อไปนี้

- 5.1 ชั่งชุดหลอดทดลองที่มีตัวอย่าง หลังจากทำ Degas และจดบันทึกเพื่อนำไปใส่ในโปรแกรมสำหรับวิเคราะห์
- 5.2 นำหลอดทดลองที่มีตัวอย่าง มาใส่แท่งแก้ว Filler rod โดยถือหลอดทดลองให้อยู่ในแนวนอนและค่อยๆ ใส่ Filler rod เข้าไปข้างในหลอด ดังรูป
- 5.3 ถอดตัวปิดช่องใส่หลอดทดลองเข้าเครื่องวิเคราะห์ออก ดังรูป



ตัวปิดท่อใส่  
หลอดทดลอง



ลักษณะของตัวปิดช่องใส่หลอดทองเข้าเครื่องวิเคราะห์



เมื่อถอดแล้วจะมีลักษณะดังรูป

5.4 ใส่ท่อ  $P_0$  เข้าไปตรงกลางของฝาครอบ Dewar แล้วเลื่อนฝาคอบขึ้น ตรวจสอบให้แน่ใจว่าฝาครอบ Dewar ไม่หลุด



ท่อ  $P_0$

5.5 นำตัวอย่างที่ผ่านการ Degas มาใส่เครื่องทดลอง โดยการนำหลอดตัวอย่างใส่ใน Isothermal Jackets และนำแท่งแก้วใส่ลงไปหลอดตัวอย่าง

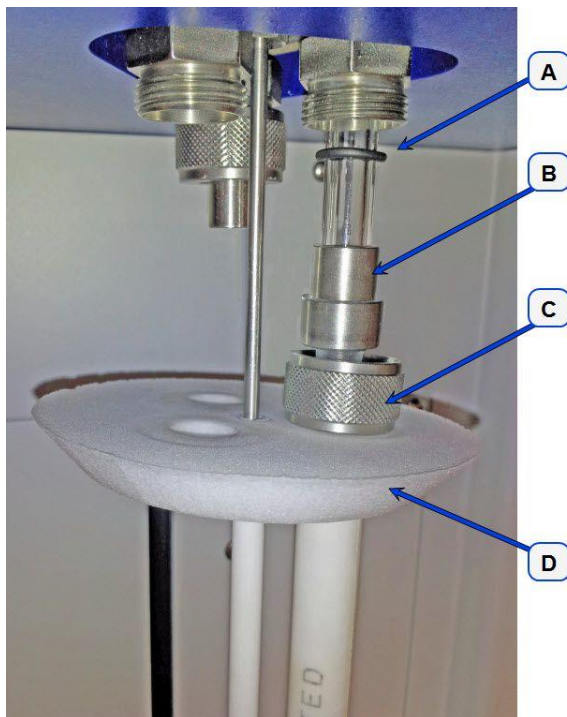


5.6 นำหลอดทดลองใส่ในเครื่อง โดยมีลำดับการใส่อุปกรณ์เข้าเครื่องโดยนำหลอดใส่เข้าไปใน Jackets



5.7 นำอุปกรณ์ใส่ที่ปากหลอดตัวอย่าง โดยเรียงจาก C, B, A และเมื่อใส่ครบแล้ว จับ A หมุนเข้ากับเกลียวของตัวเครื่อง

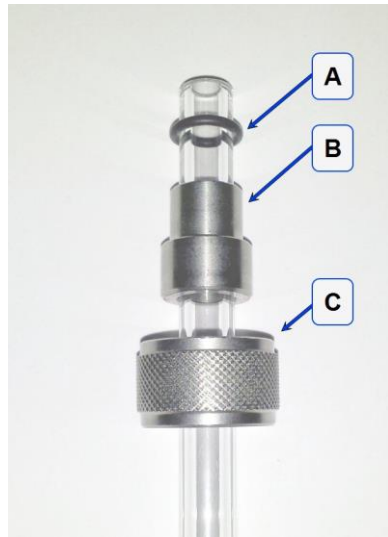




- A = โอริง
- B = ปกกั้ม
- C = น้อดคอนเนคเตอร์
- D = แผ่นปิด Dewar

- 5.8 นำ Dewar ออกจากเครื่องวิเคราะห์อย่างระมัดระวังไม่ให้ชนกับแท่ง  $P_0$  วางไว้ข้างเครื่องวิเคราะห์
- 5.9 จับหลอดตัวอย่างด้วยมือให้แน่น คลายน็อตตัวต่อท่อตัวอย่างโดยหมุนทวนเข็มนาฬิกา
- 5.10 ค่อยๆ ดึงหลอดตัวอย่างให้หลุดออกจากพอร์ตวิเคราะห์
- 5.11 ถอดโอริงออกจากด้านบนของหลอดตัวอย่างแล้วเปลี่ยนใหม่
- 5.12 หลังจากใส่โอริงใหม่แล้ว ใส่หลอดตัวอย่างเข้าในพอร์ตวิเคราะห์

### 5.13 เลื่อนน็อตตัวต่อขึ้นด้านบนจนสัมผัสกับพอร์ตวิเคราะห์ หมุนน็อตตามเข็มนาฬิกาให้แน่น



- A. โอริง
- B. ปลอกโลหะ
- C. ตัวเชื่อมต่อ ถั่ว

## 6. การวิเคราะห์ (Analysis)

การวิเคราะห์สามารถวิเคราะห์ได้ 2 วิธี คือ หาพื้นที่ผิวและรูพรุนระดับ mesopore (2-300 nm)(วิเคราะห์โดยแก๊สไนโตรเจน) และหาขนาดรูพรุนระดับ micropore ด้วย CO<sub>2</sub> (0.35-2 nm) ภายใต้โปรแกรมมีวิธีการคำนวณผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิว (Surface Area) ขนาดรูพรุน และการกระจายตัวของขนาดรูพรุน (Pore Size and Pore Size Distribution) ปริมาตรรูพรุน (Pore Volume)

### 6.1 หาพื้นที่ผิวและรูพรุนระดับ mesopore (2-300 nm)(วิเคราะห์โดยแก๊สไนโตรเจน)

อุปกรณ์สำหรับการใส่ไนโตรเจนเหลว

Dewar ใส่ไนโตรเจนเหลว



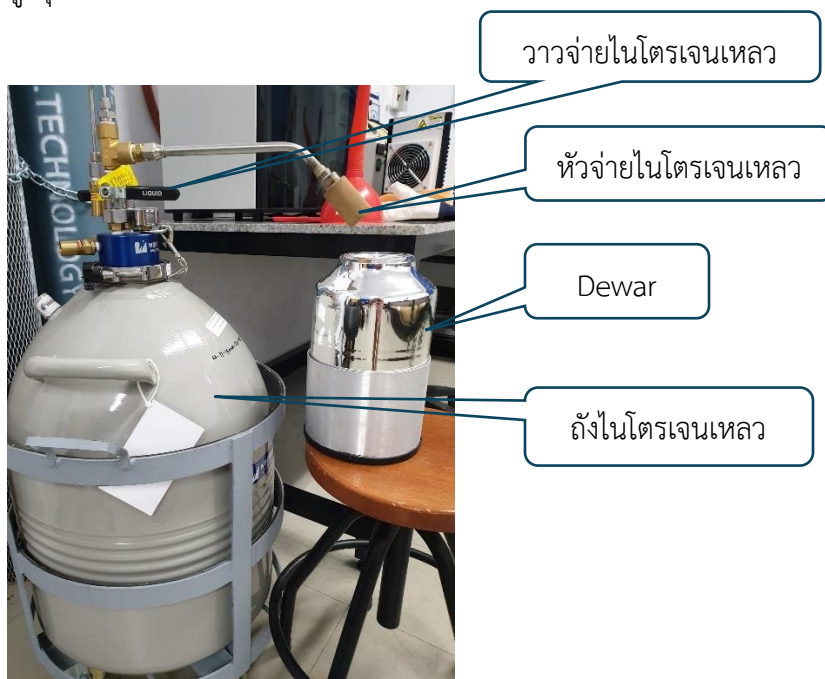
แท่งวัดไนโตรเจนเหลว



กรวยสำหรับเติมไนโตรเจนเหลว



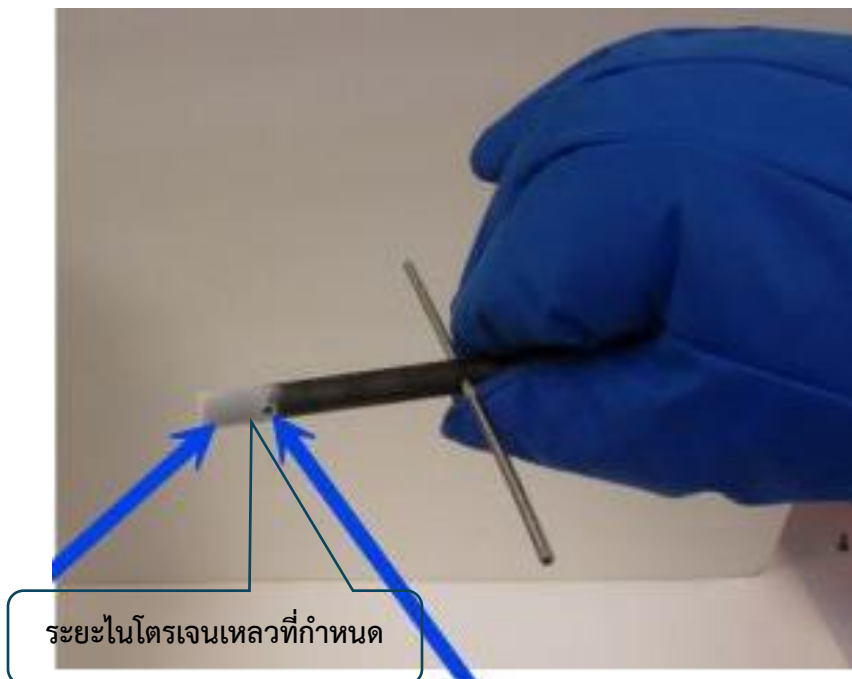
6.1.1 หากเป็น Dewar เปล่าที่ไม่มีไนโตรเจนเหลวอยู่เลย ให้ค่อยๆ ใส่ไนโตรเจนเหลวทีละน้อยก่อน แล้วปล่อยให้อุณหภูมิ Dewar เย็นทั่วถึงกันทั้งหมดก่อนประมาณ 1-2 นาที หากเทครั้งเดียวให้เต็ม Dewar อาจทำให้ Dewar แตกเสียหายได้ เมื่อ Dewar เย็นทั่วถึงแล้ว เปิดวาวไนโตรเจนเหลวใส่ใน Dewar เป็นระยะๆ แล้วตรวจสอบระดับ ไนโตรเจนเหลวด้วยแท่งวัดระดับ ดังภาพ ให้ระดับไนโตรเจนเหลวอยู่ในระดับที่ต่ำกว่าช่องกลม ๆ บนแท่งวัดระดับ ซึ่งเป็นจุดที่สูงที่สุดที่สามารถใส่ไนโตรเจนเหลวได้



6.1.2 วัดปริมาตรของไนโตรเจนเหลว ได้จากวาง ลงใน Dewar ดังรูป



6.1.3 นำแท่งวัดไนโตรเจนเหลว ออกมาจาก Dewar และตรวจเช็คความถึงระดับที่ต้องการแล้วหรือไม่ โดย ที่บริเวณปลายของแท่งวันจะมีสีขาวของไนโตรเจนเหลว ติดอยู่ ให้ไนโตรเจนเหลวที่ติดกับแท่งวัดอยู่ในระดังที่กำหนด ดังรูป



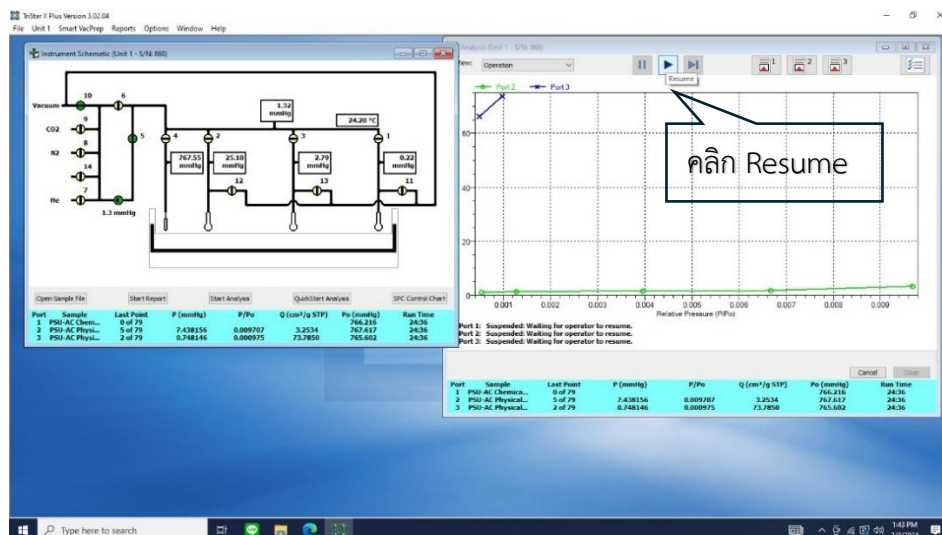
6.1.4 เมื่อได้ไนโตรเจนเหลวตามปริมาณที่กำหนด นำ Dewar ไปวางในเรื่องวิเคราะห์ ดังรูป



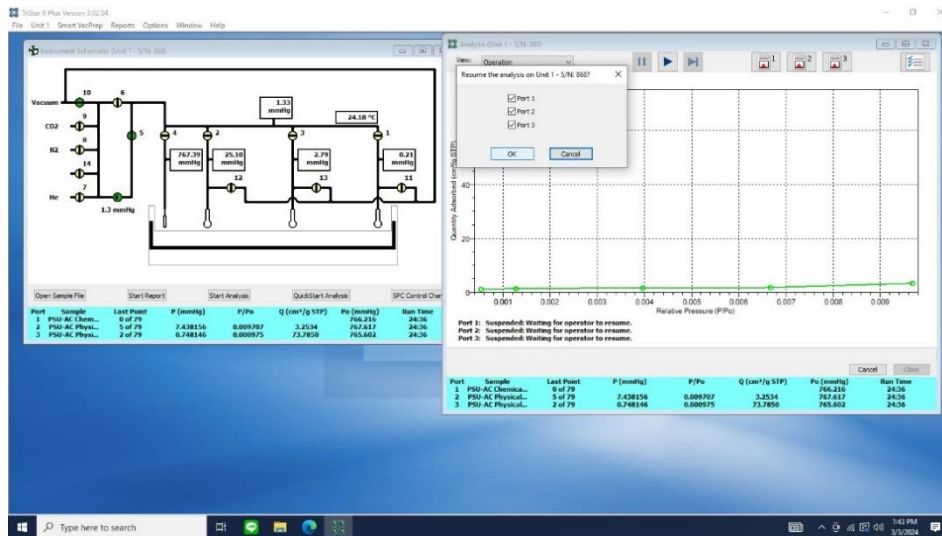
6.1.5 การเติมไนโตรเจนเหลวใน Dewar ทำได้โดยนำ Dewar ใส่ไนโตรเจนเหลว มาวางบริเวณหัวจ่ายไนโตรเจนเหลว หากเป็น Dewar เปล่าที่ไม่มี ไนโตรเจนเหลว เหลวอยู่เลย เปิดหัวจ่ายเพื่อให้ไนโตรเจนเหลวออกมาจากถัง โดยค่อย ๆ ใส่ไนโตรเจนเหลว เหลวทีละน้อยก่อน แล้วปล่อยให้อุณหภูมิของ Dewar เย็นทั่วถึงกันทั้งหมดก่อนประมาณ 1-2 นาที หากแค่ครั้งเดียวให้เติม Dewar อาจทำให้ Dewar แตกเสียหายได้



6.1.6 หากดำเนินการวิเคราะห์ไม่แล้วเสร็จภายในเวลา 12 ชั่วโมง ให้ตรวจเช็คปริมาณไนโตรเจนเหลวใน Dewar และดำเนินการเติมไนโตรเจนเหลวเพิ่ม ซึ่งการเติมไนโตรเจนเหลว ใน Dewar ขณะเครื่องวิเคราะห์กำลังทำการวิเคราะห์ ให้ทำการหยุดการวิเคราะห์โดยการ คลิก หยุดการวิเคราะห์ชั่วคราวที่โปรแกรม ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

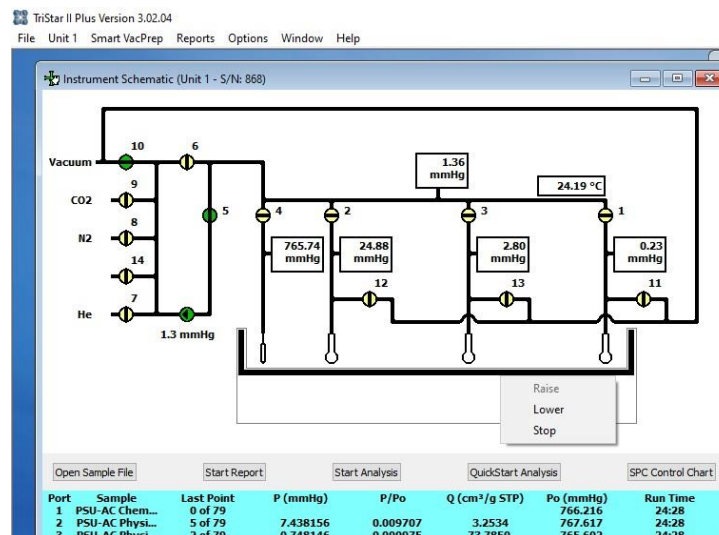
6.1.6.1 คลิก Resume เพื่อหยุดการวิเคราะห์ชั่วคราว




6.1.6.2 จะปรากฏหน้าต่าง Resume the analysis on unit 1 ให้เลือกทั้ง 3 พอร์ต คลิก OK



6.1.6.3 คลิกที่สัญลักษณ์  จะปรากฏ คำสั่ง 3 คำสั่ง ให้เลือก Down เพื่อสั่งให้เครื่องเลื่อน Dewar ลงมาเล็กน้อยประมาณ 2-3 นิ้ว แล้วคลิกขวาที่  อีกครั้ง เลือก Stop เพื่อหยุดการเลื่อนลงของ Dewar แล้วทำการเติมไนโตรเจนเหลวให้อยู่ในปริมาณที่กำหนด



6.1.6.4 เมื่อเติมไนโตรเจนเหลวเสร็จเรียบร้อยแล้ว ให้คลิกขวาที่  และเลือกคำสั่ง Raise เพื่อเลื่อน Dewar ขึ้น เมื่อเลื่อนไปสุดเครื่องจะหยุดการเลื่อนอัตโนมัติ ปิดฝาป้องกันของเครื่องวิเคราะห์ รอเวลาประมาณ 5 นาที เพื่อให้อุณหภูมิของไนโตรเจนเหลวคงที่ (ไม่มีไอของ



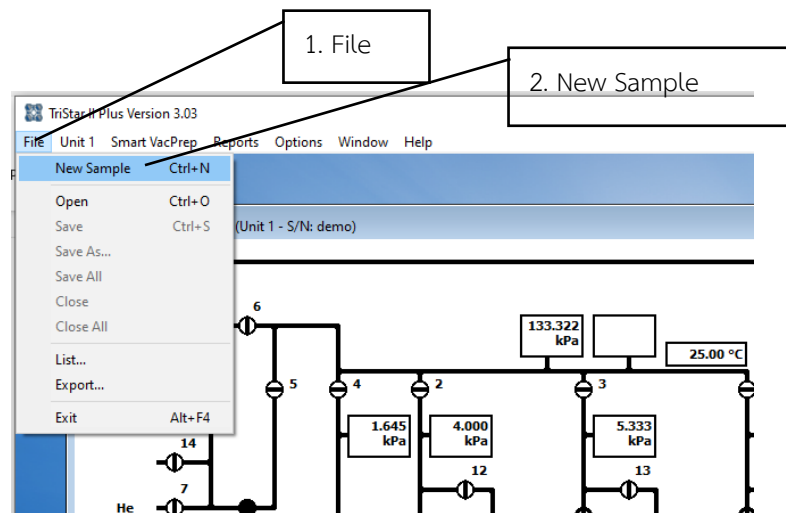
ไนโตรเจนเหลว) คลิกที่ Resume และคลิกเลือกทั้ง 3 พอร์ต และคลิก OK โปรแกรมจะดำเนินการวิเคราะห์อีกครั้ง

6.1.6.5 วิธีการเติมไนโตรเจนเหลวลงในเครื่องเมื่อ Dewar เลื่อนลงมาประมาณ 2 นิ้ว แล้ว ให้นำถ้วยตวงรองไนโตรเจนเหลวจากหัวจ่าย และเอาไปเทใส่ Dewar ผ่านกรวยยาว ดังรูป



6.1.7 การตั้งค่าโปรแกรมสำหรับดำเนินการวิเคราะห์

6.1.7.1 ไปที่โปรแกรม Tristar II Plus และเลือก File → New Sample → Sample Description → Sample → ตั้งชื่อ



เมื่อคลิกที่ New Sample จะปรากฏหน้าต่างต่าง ดังนี้ และเริ่มดำเนินการใส่ชื่อตัวอย่างในหมายเลขต่างๆ ดังนี้

The screenshot shows a software window with four tabs: Sample Description, Degas Conditions, Analysis Conditions, and Report Options. The Sample Description tab is active. It contains several input fields and buttons:

- Method:** Default (dropdown menu)
- Sample:** default (text field)
- Operator:** (text field)
- Submitter:** (text field)
- Bar Code:** (text field)
- Sample tube:** Sample Tube (dropdown menu) with an **Edit...** button
- Mass:**
  - Enter
  - Calculate
  - Sample Mass:** 1.0000 g
  - Empty tube:** 1.0000 g
  - Density:** 1.000 g/cm<sup>3</sup>
  - Sample + tube:** 2.0000 g
  - Sample:** 1.0000 g
- Type of Data:**
  - Automatically collected
  - Manually entered
- User Parameters:**
  - Parameter 1: 0.000
  - Parameter 2: 0.000
  - Parameter 3: 0.000
- Comments:** (text area) with **Add Log Entry** and **Replace All...** buttons
- Buttons:** **Save As**, **Close**, **Advanced** (dropdown), **Preview**

Numbered callouts point to the following elements:

- Method dropdown menu
- Sample text field
- Sample tube dropdown menu
- Calculate radio button
- Sample + tube text field
- Automatically collected radio button
- Add Log Entry button
- Save As button

หมายเลข 1 ใส่ชื่อตัวอย่างที่จะวิเคราะห์

หมายเลข 2 ใส่ชื่อเจ้าของชิ้นงาน

หมายเลข 3 คลิกที่ Calculate เพื่อดำเนินการคำนวณน้ำหนักของตัวอย่าง

หมายเลข 4 ใส่น้ำหนักของหลอดใส่ตัวอย่างและจุกปิดหลอด

หมายเลข 5 ใส่น้ำหนักหลังทำการ Degas

หมายเลข 6 จะแสดงค่าการคำนวณ เมื่อใส่ข้อมูลใน

หมายเลข 4 และ 5 เสร็จ

หมายเลข 7 สามารถใส่ข้อความที่อธิบายลักษณะของตัวอย่าง หรือข้อความสำคัญที่ป้องกันการลืม

หมายเลข 8 เมื่อดำเนินการใส่ข้อมูล หมายเลข 1 - 7 เรียบร้อยแล้วให้ คลิก Save As

### ตัวอย่างการใส่ข้อมูล

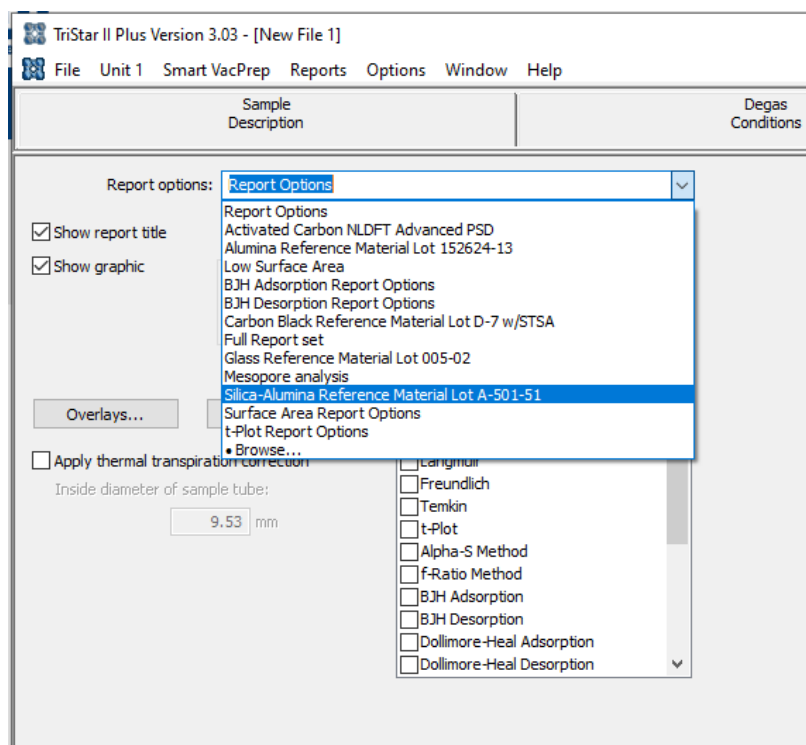
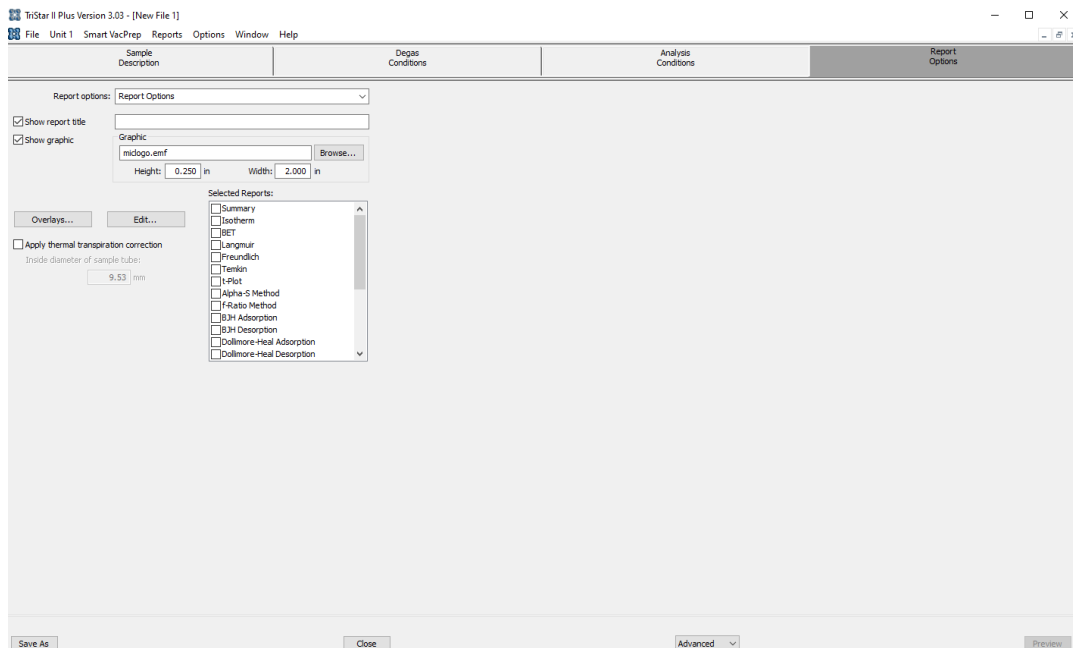
The screenshot shows the same software window as above, but with the following data entered:

- Method:** Default
- Sample:** Activated Carbon
- Operator:** jch
- Submitter:** SN3003
- Sample tube:** Sample Tube
- Mass:**
  - Calculate
  - Sample mass:** 0.1427 g
  - Empty tube:** 37.8810 g
  - Density:** 0.100 g/cm<sup>3</sup>
  - Sample + tube:** 38.0237 g
  - Sample:** 0.1427 g
- Type of Data:**
  - Automatically collected
  - Manually entered
- User Parameters:** (empty)
- Comments:** (empty text area)
- Buttons:** **Save**, **Close**, **Advanced** (dropdown), **Preview**

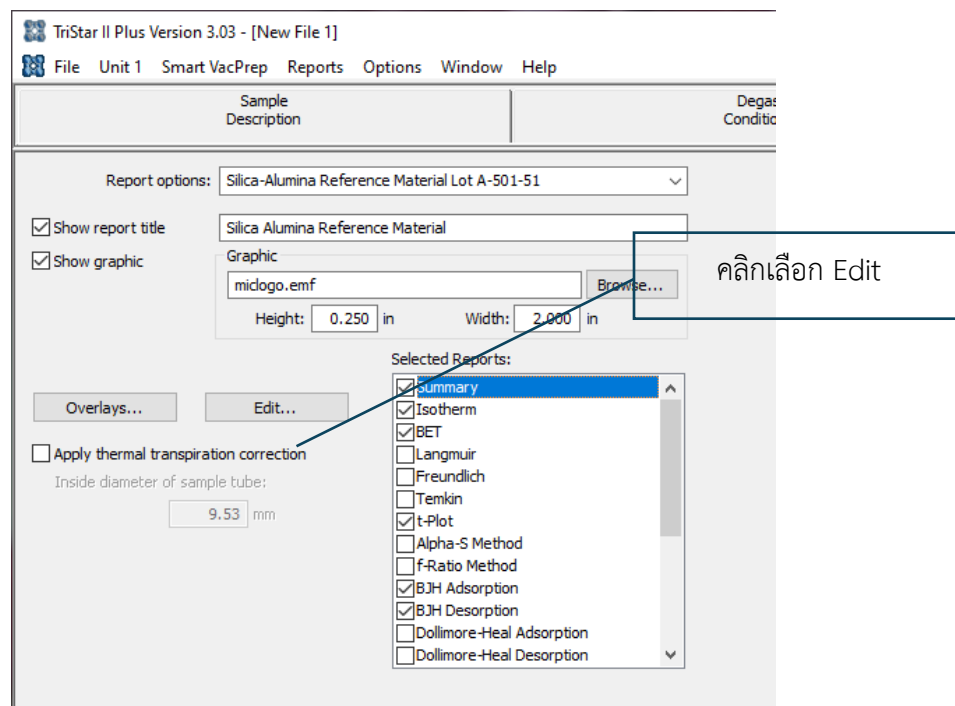
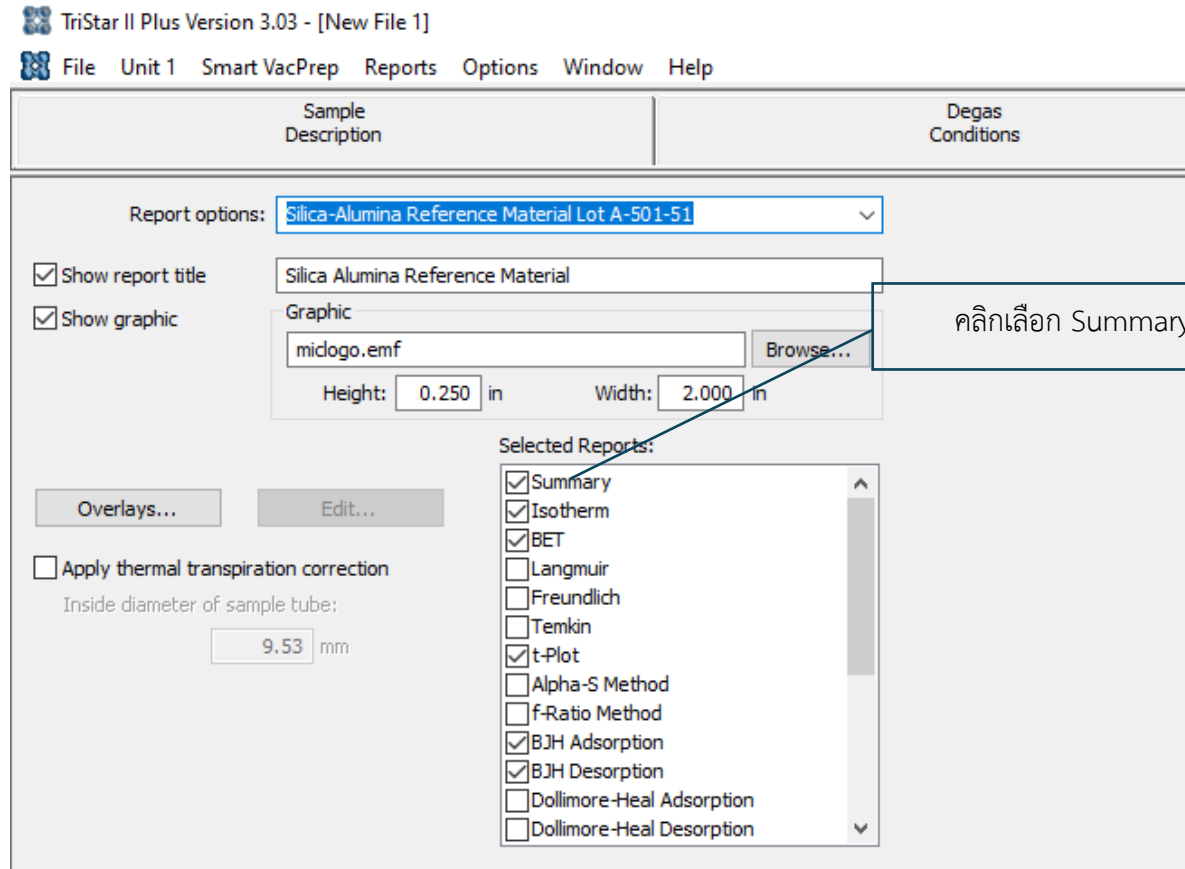
เมื่อทำการตั้งชื่อการตัวอย่างที่จะทำการวิเคราะห์เสร็จสิ้น ให้ดำเนินการตั้งค่าการรายงานผลตามขั้นตอนดังต่อไปนี้



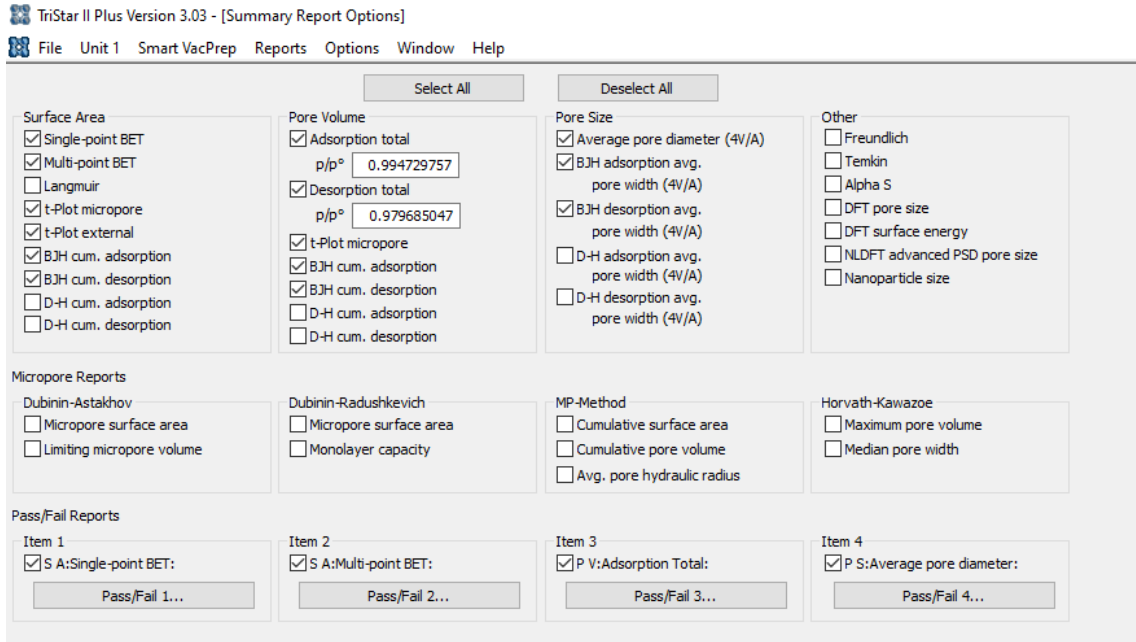
### 6.1.7.2 การตั้งค่ารายงานผลการวิเคราะห์ คลิกเลือก Report Options และเลือก Silica-Alumina Reference Material Lot A-501-51



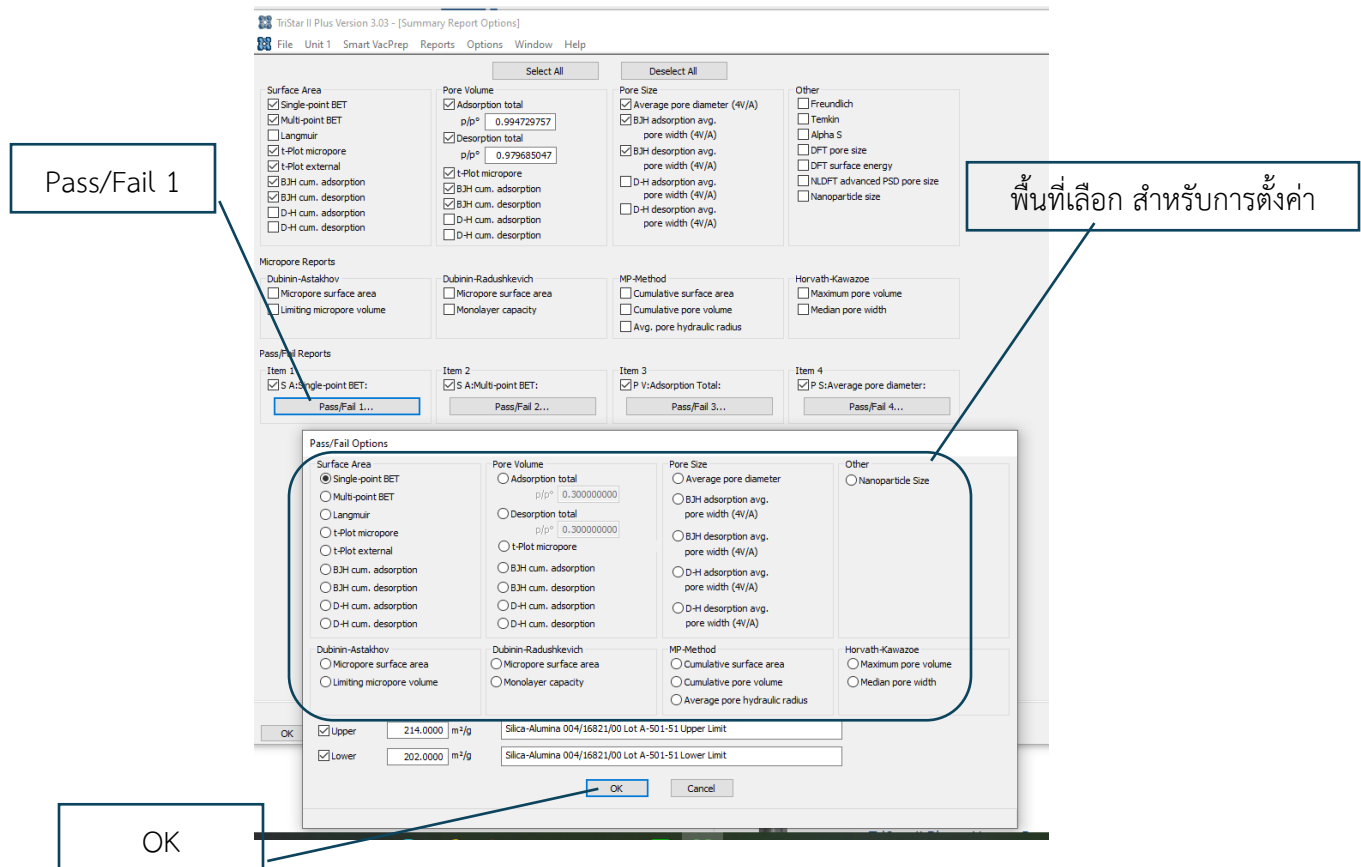
หน้าต่างแสดง ดังรูป และคลิกเลือก Summary และคลิก Edit

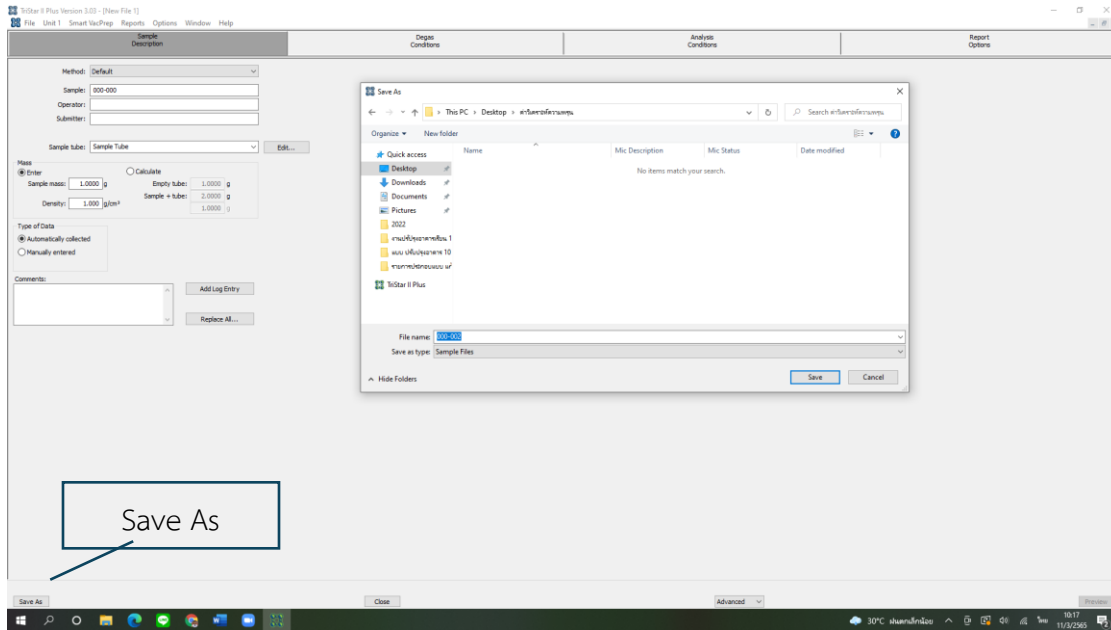


เมื่อคลิกเลือก Edit จะแสดงหน้าต่าง ดังนี้



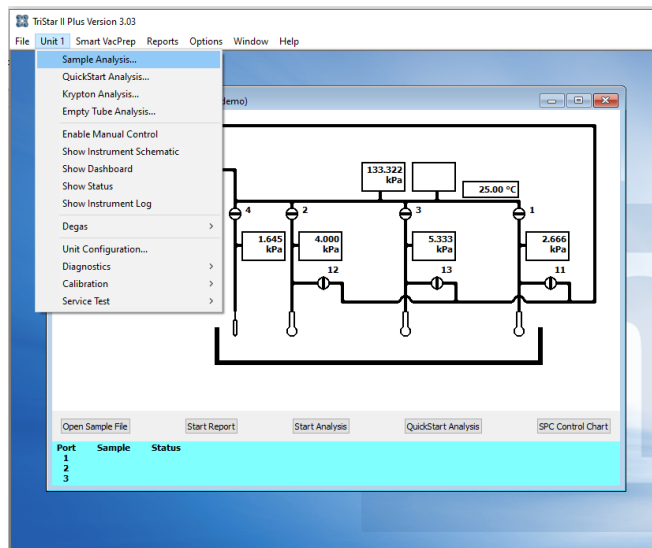
คลิก Pass/Fail 1 จะแสดงหน้าต่างเพื่อให้ทำการตั้งค่า ดังรูป ถ้ามีการเปลี่ยนแปลง หรือต้องการกำหนดค่าเฉพาะ ให้ทำการตั้งค่าใหม่ และคลิก OK



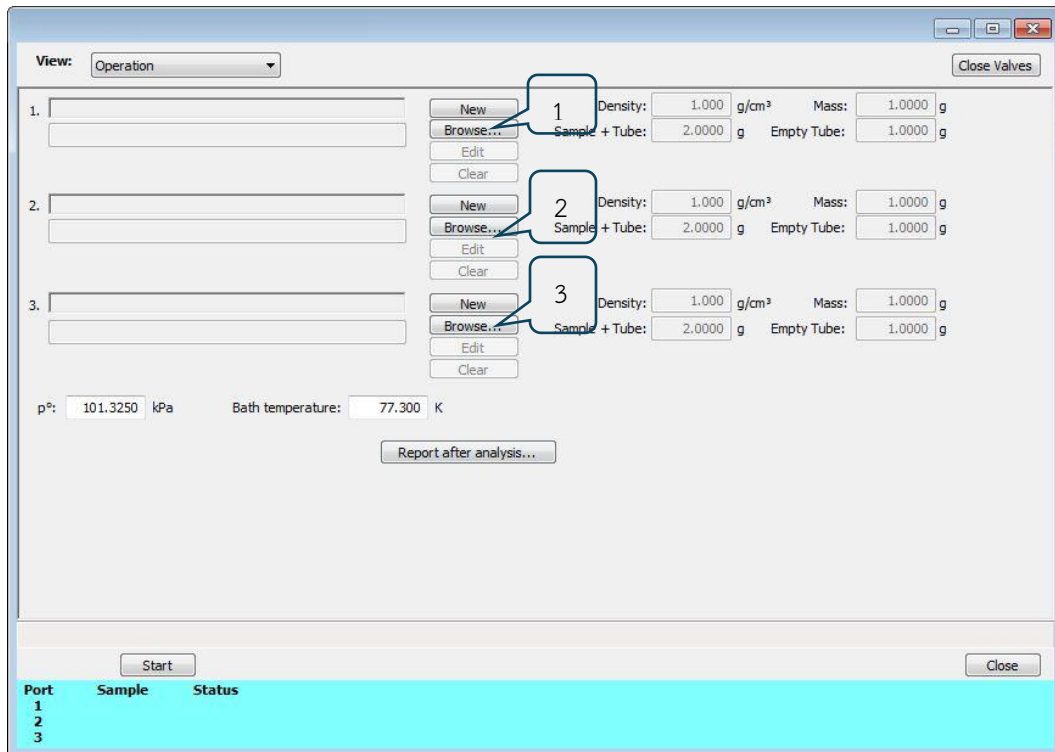


เลือกที่อยู่ของข้อมูลที่จะบันทึก และตั้งชื่อของตัวอย่าง และคลิก Save As ให้ตั้งชื่อให้ครบทั้ง 3 ตัวอย่างที่นำเข้าเครื่องวิเคราะห์ และดำเนินการเริ่มต้นการวิเคราะห์

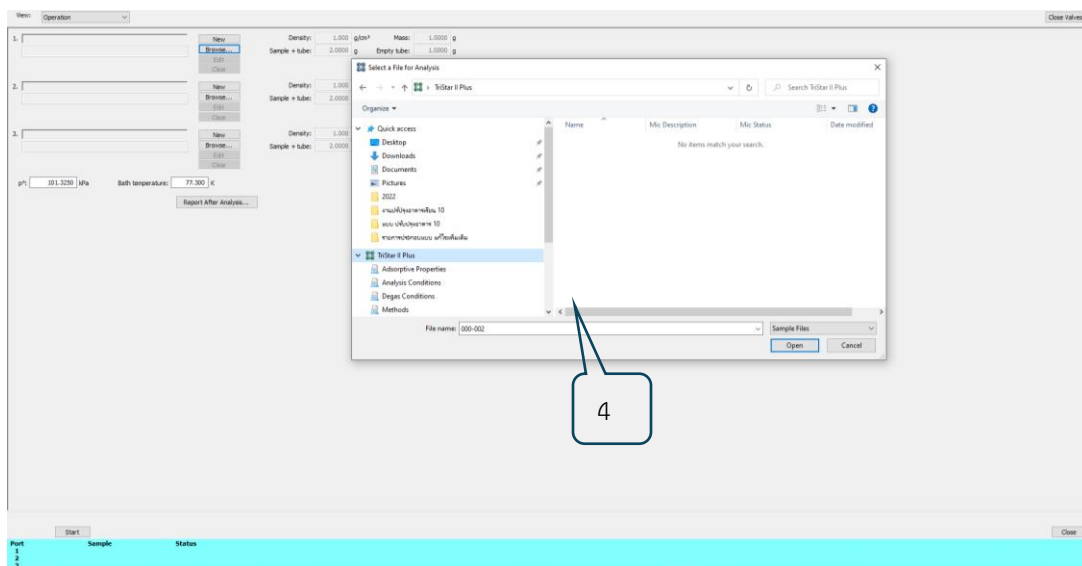
### 6.1.7.3 การเริ่มต้นวิเคราะห์ตัวอย่าง ให้ คลิกที่ Unit 1 → Sample Analysis



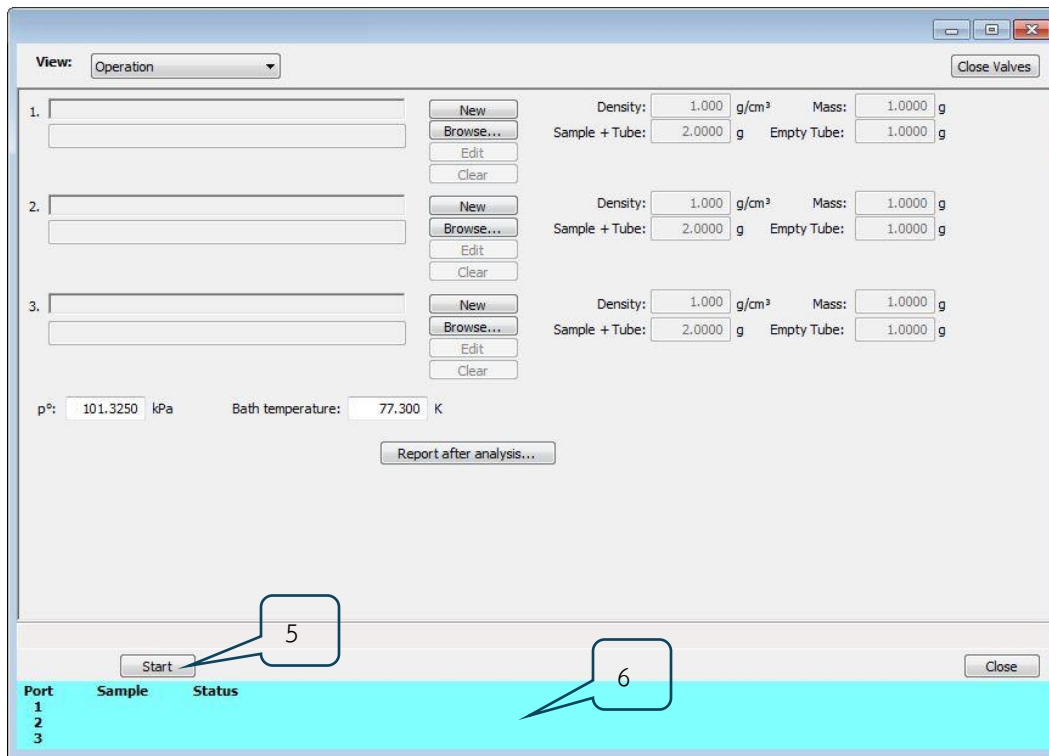
จะแสดงหน้าต่าง เริ่มต้นการวิเคราะห์ทั้ง 3 ตัวอย่าง ดังนี้



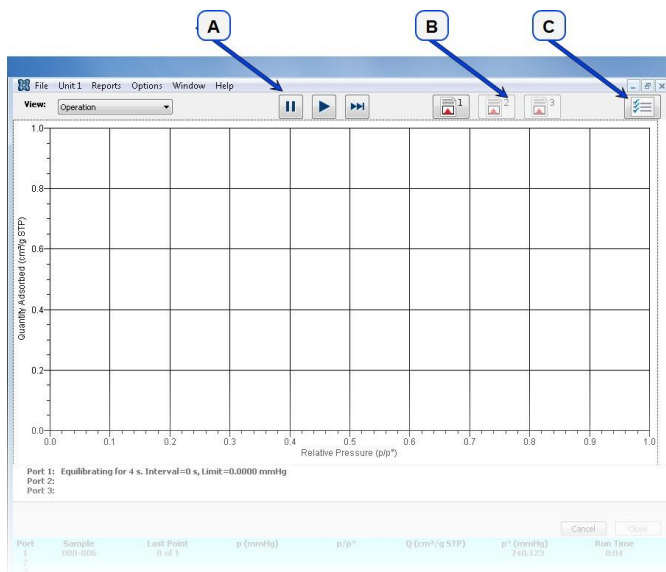
คลิกที่ Browse... ตัวอย่างที่ 1, 2, 3 ดังหมายเลข 1, 2, 3 จะปรากฏหน้าต่าง เพื่อเลือกไฟล์ที่อยู่ที่เราตั้งชื่อไว้  
ในขั้นตอนการตั้งค่าการบันทึกข้อมูล (New Sample) และคลิก Open ดังรูป



เมื่อดำเนินการ Browse... ตัวอย่างที่ 1 ,2, 3 เป็นที่เรียบร้อยแล้ว คลิก Start (หมายเลข 5) โปรแกรมจะแสดงขั้นตอนการทำงานวิเคราะห์ (ในบริเวณหมายเลข 6)



โปรแกรมจะทำงานอัตโนมัติให้ผู้วิเคราะห์ รอให้เครื่องทำงานจนเสร็จสิ้นกระบวนการ จะปรากฏหน้าจอดังรูป



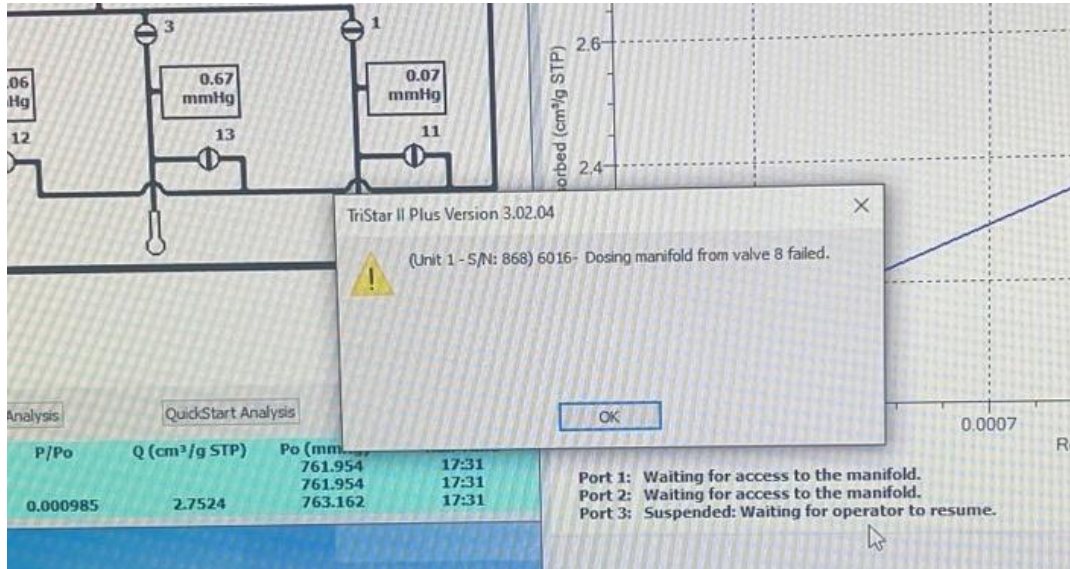
- A. ระวัง/ดำเนินการต่อ/ข้ามปุ่ม
- B. ทำเรือ่ รายงาน ปุ่ม
- C. สด กราฟ การตั้งค่า

Note. ถ้าตัวอย่างใช้เวลานานในการวิเคราะห์ ผู้วิเคราะห์จะต้องเช็คปริมาณไนโตรเจนเหลว โดยเช็คทุกๆ 12 ชั่วโมง

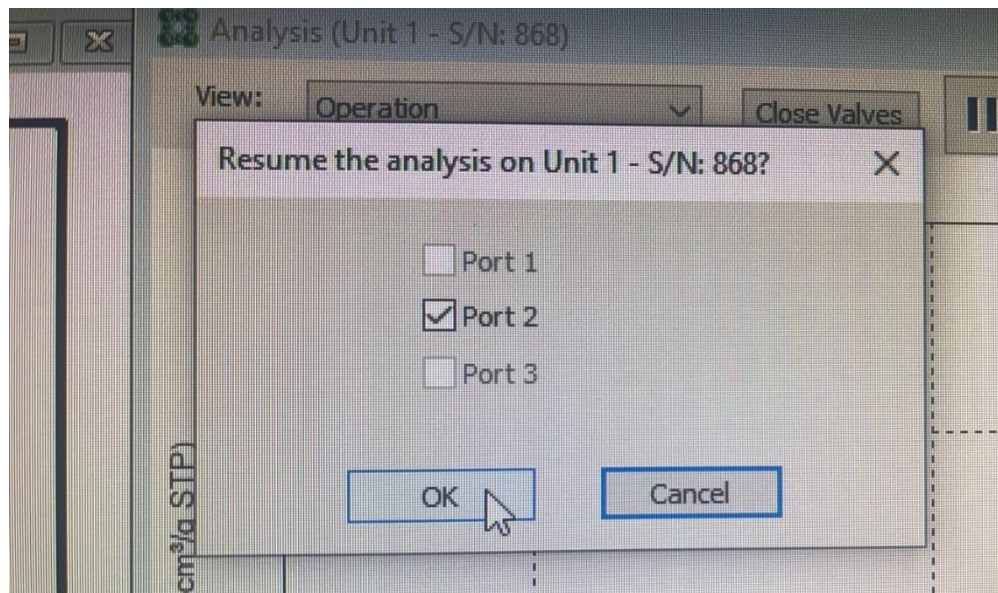
## 6.1.8 ปัญหาที่เกิดระหว่างการวิเคราะห์และการแก้ไข

### 6.1.8.1 โปรแกรมวิเคราะห์กับเครื่องวิเคราะห์ที่ไม่เชื่อมต่อกันหรือลิ้มเปิดแก๊สให้กับตัวเครื่อง

วิเคราะห์ จะปรากฏหน้าต่าง Dosing manifold volume 8 failed ดังรูป

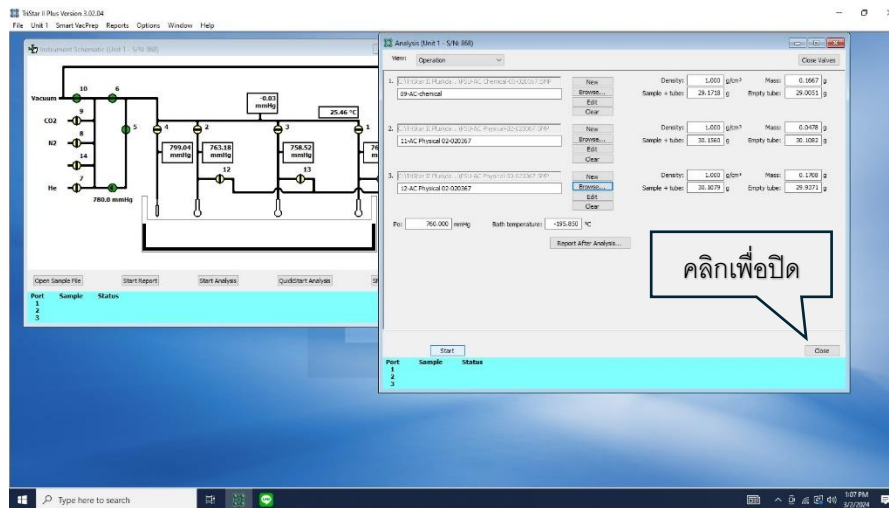


ให้คลิก OK และ ให้คลิก Resume พอร์ตที่แจ้งว่า Dosing manifold volume 8 failed และคลิก OK โปรแกรมจะดำเนินการวิเคราะห์ใหม่





ถ้าโปรแกรมดำเนินการวิเคราะห์ใหม่แล้วไม่สามารถดำเนินการได้เช่นเดิมให้ปิดโปรแกรมวิเคราะห์ และ Restart เครื่องคอมพิวเตอร์ใหม่



#### 6.1.8.2 ท่อของหัวจ่ายไนโตรเจนเหลวหลุดออกจากหัวจ่าย

เมื่อท่อของหัวจ่ายไนโตรเจนเหลวหลุดออกจากหัวจ่ายจะทำให้ไม่สามารถจ่ายไนโตรเจนเหลวได้ ต้องถอดหัวจ่ายออกเพื่อใส่ท่อของหัวจ่ายไนโตรเจนเข้าไปใหม่ ซึ่งถึงไนโตรเจนเหลวจะมีแรงดันภายใน ผู้วิเคราะห์ต้องสังเกตแรงดันภายในถึง และเปิดวาล์ว vent เพื่อปล่อยแรงดันในถังให้เป็น 0 ถึงจะเอาหัวจ่ายไนโตรเจนเหลวเพื่อเอาท่อใส่ได้ ผู้วิเคราะห์จะต้องดูให้แน่ใจว่าแรงดันถังจากเกตวาล์วเป็น 0 แล้ว และไม่ปลดตัวล็อกตัวจ่ายกับถังออกโดยเด็ดขาด

#### 6.1.8.3 แรงดันไนโตรเจนเหลวมีไม่เพียงพอสำหรับการจ่ายไนโตรเจนเหลว

การจ่ายไนโตรเจนเหลวต้องมีแรงดันในถังถึงจะสามารถจ่ายไนโตรเจนเหลวได้ ดังนั้นก่อนการจ่ายไนโตรเจนเหลวจะต้องตรวจสอบแรงดันก่อนที่จะเปิดก๊อกจ่าย เข็มของแรงดันต้องอยู่ที่ประมาณ 7 psi ถึงจะสามารถจ่ายได้ ถ้าเข็มไม่ถึงต้องปล่อยทิ้งไว้ประมาณ 12 ชั่วโมง ถึงจะมีแรงดันพร้อมจ่ายไนโตรเจนเหลว



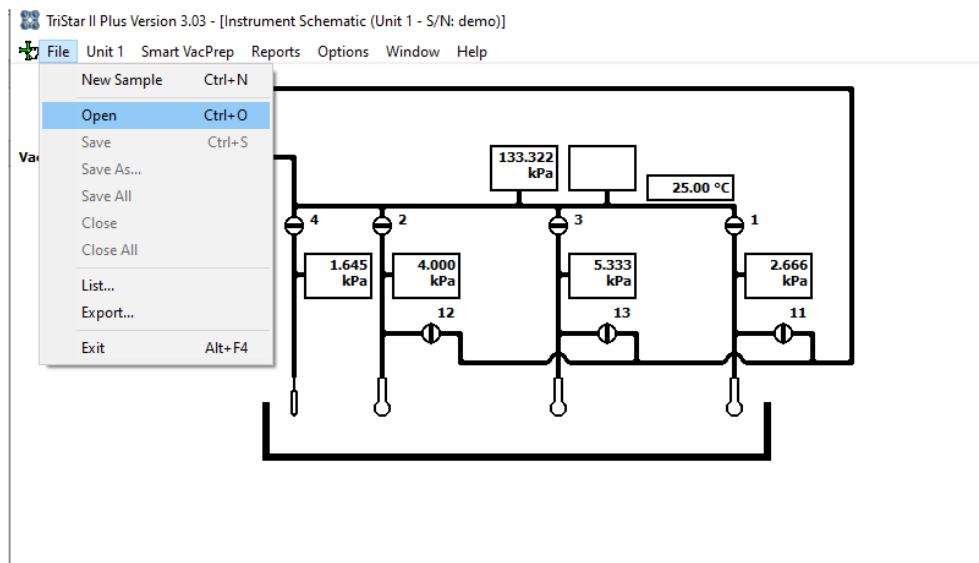
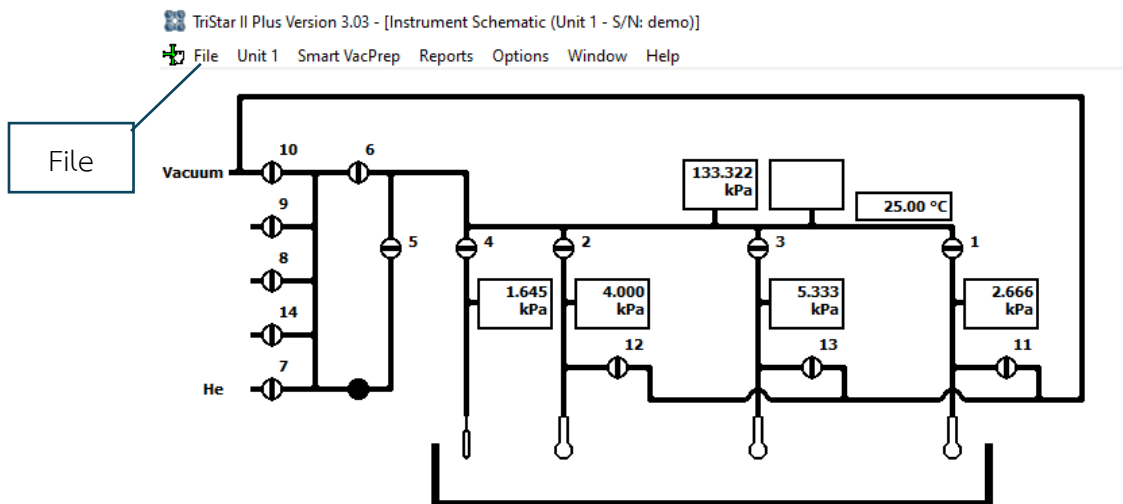


### 6.1.9 การเอาตัวอย่างออกจากเครื่องวิเคราะห์เพื่อเปลี่ยนเป็นตัวอย่างใหม่

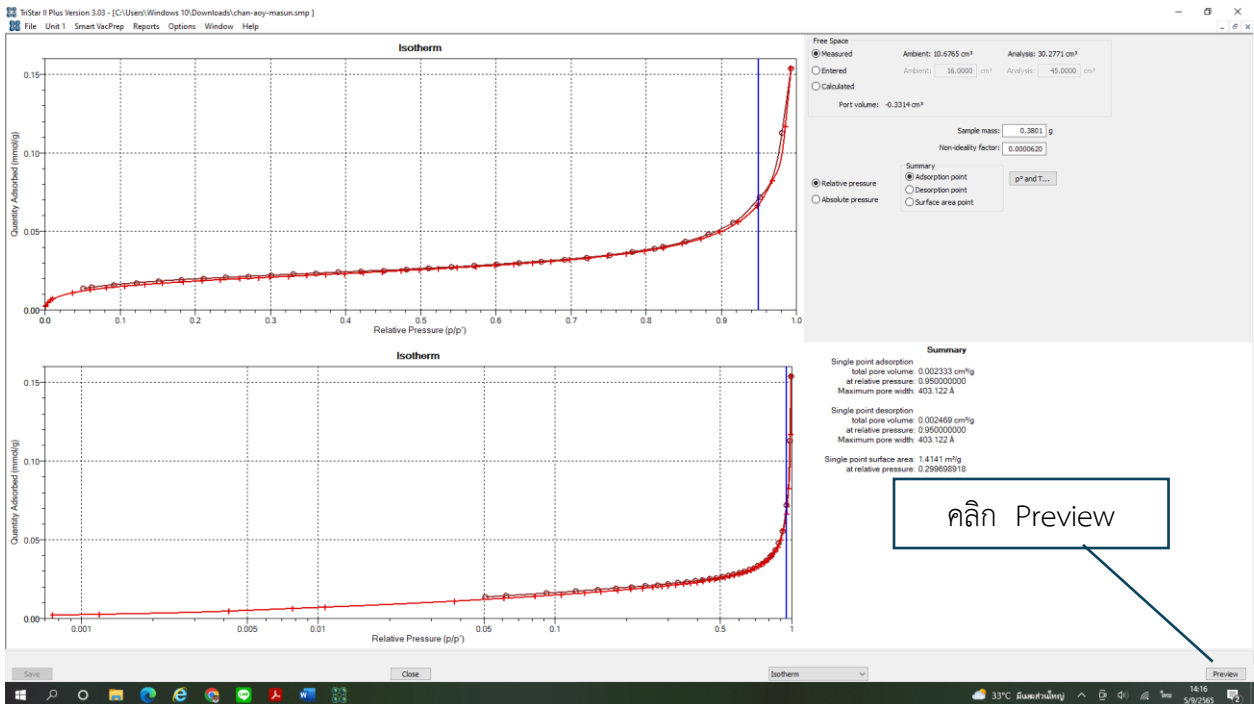
เมื่อดำเนินการวิเคราะห์แล้วเสร็จ Dewar จะเลื่อนลงมาอันโนมัติ และหน้าจอจะแสดงผลการวิเคราะห์ทั้งหมด ซึ่งเป็นข้อมูลที่บันทึกอยู่ในเครื่องจากการตั้งค่าตั้งแต่ต้น เมื่อผู้วิเคราะห์ต้องการเปลี่ยนตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์ตัวอย่างใหม่ ให้ถอดตัวอย่างเดิมออกจากเครื่อง และใส่ตัวอย่างใหม่ผ่านการ Degas เข้าเครื่องวิเคราะห์ เติมไนโตรเจนเหลวลงใน Dewar จนถึงจุดที่กำหนด ดำเนินการตั้งชื่อตัวอย่างใหม่ เพื่อเริ่มการวิเคราะห์ต่อไป

### 6.1.10 การเปิดค่าวิเคราะห์และการรายงานผลการวิเคราะห์

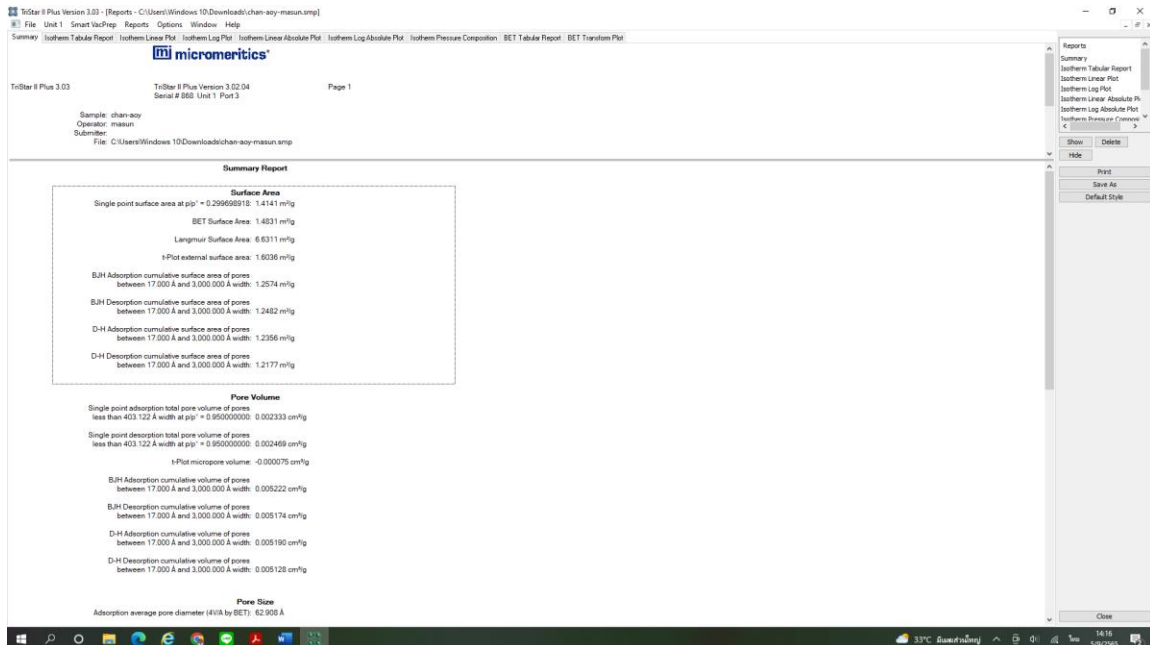
การเปิดค่าวิเคราะห์และการรายงานผลให้กับนักวิจัยสามารถทำได้โดยโปรแกรม โดยมีเมื่อเครื่องทำการวิเคราะห์ตัวอย่างเสร็จ ให้คลิก file > Open และเลือกที่อยู่ไฟล์ที่ได้ตั้งค่าไว้ก่อนที่จะทำการวิเคราะห์ และเปิดไฟล์



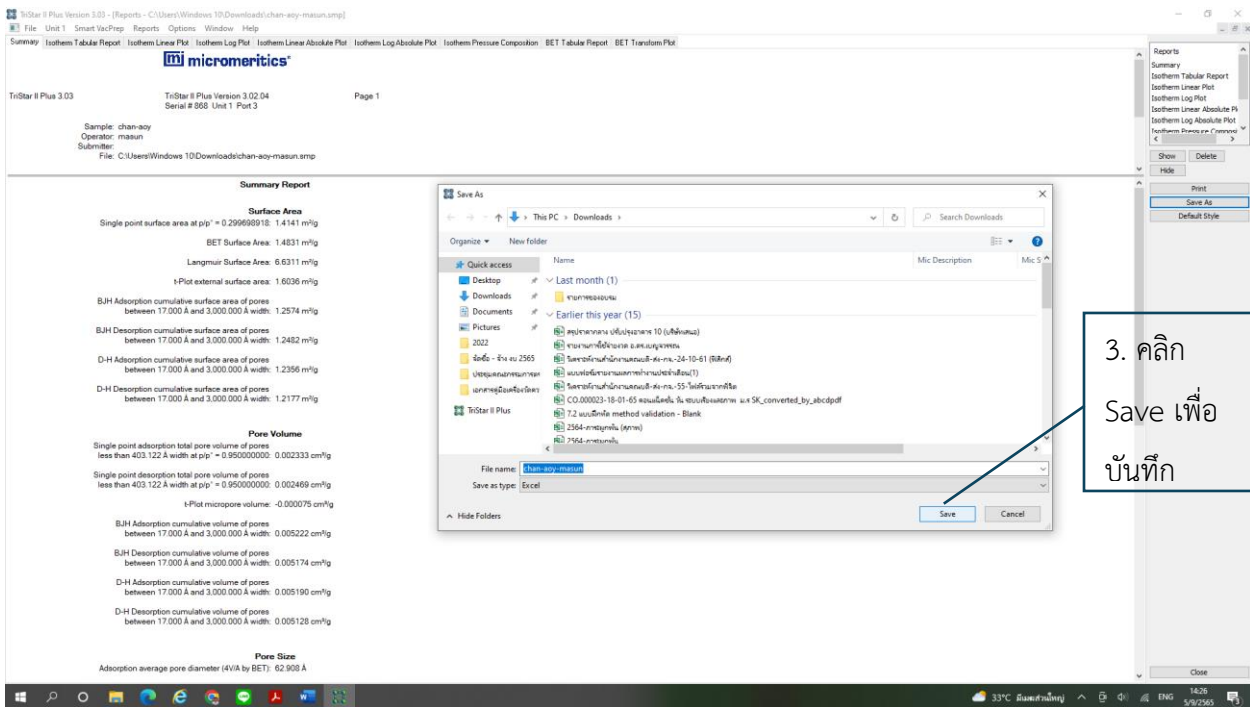
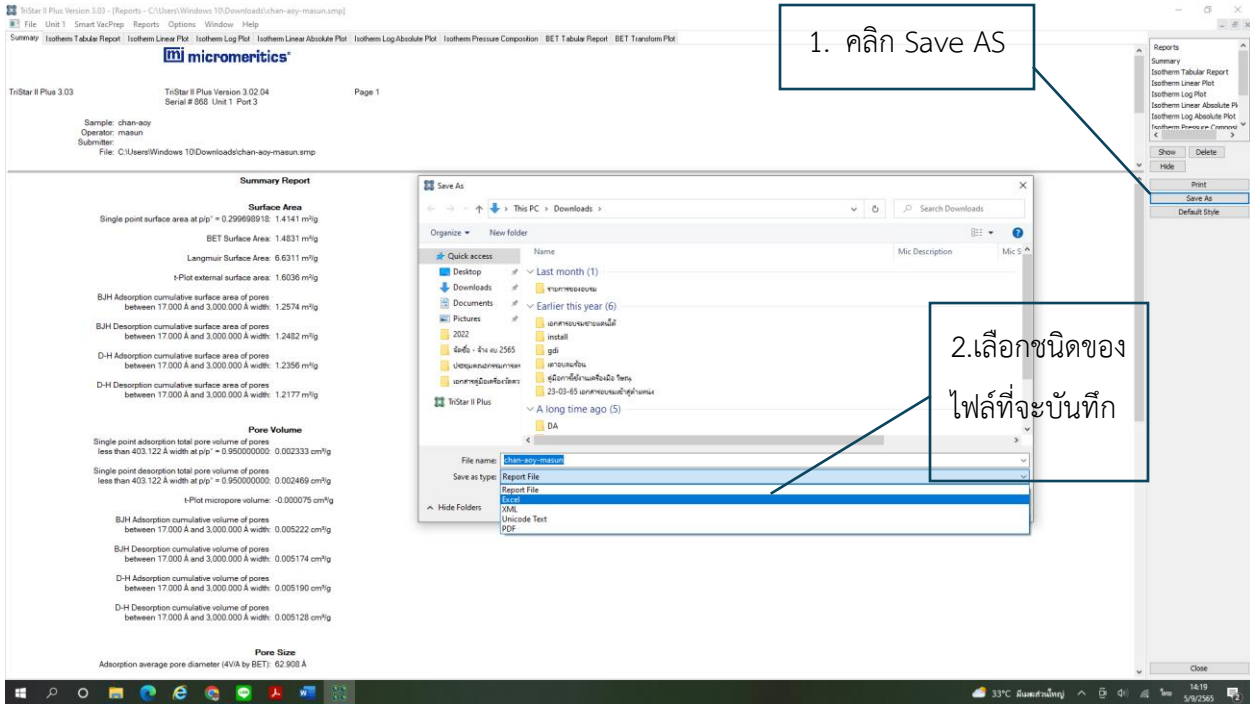
เมื่อคลิกเปิดไฟล์ และจะปรากฏหน้าต่าง ผลของการวิเคราะห์ตัวอย่าง ดังรูป และเมื่อต้องการดูค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ (ตัวเลข) ให้คลิกที่ Preview



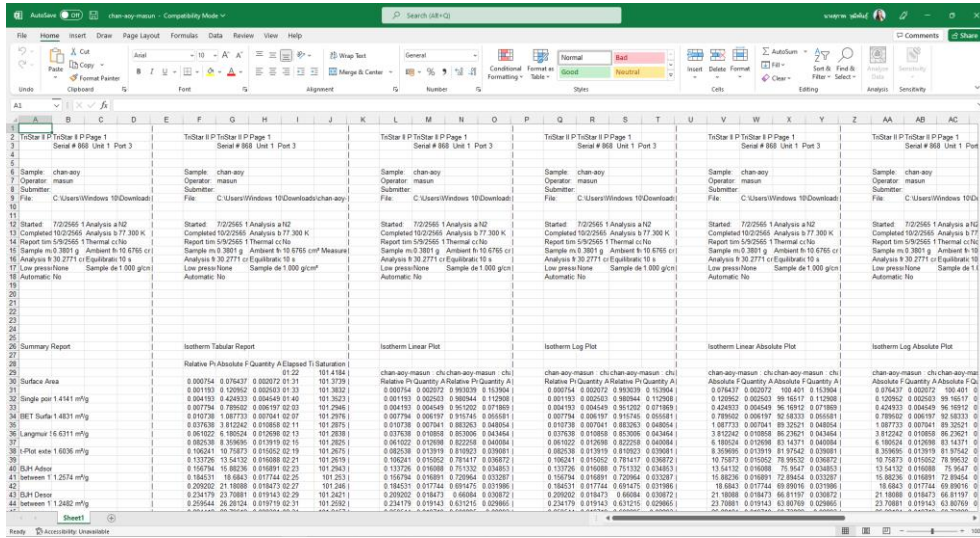
จะปรากฏดังรูป



นอกจากนี้ ข้อมูลผลการวิเคราะห์สามารถนำออกมาได้หลากหลายรูปแบบ เช่น Excel, HML, Unicode Teat และ PDF โดยคลิกที่ Save AS จะปรากฏหน้าต่างต่าง ดังรูป และเลือกที่อยู่ของไฟล์ที่จะบันทึก และเลือกชนิดของไฟล์ที่ต้องการบันทึกข้อมูล และ คลิก Save



เช่น เมื่อเลือกบันทึกข้อมูลเป็นแบบ Excel ข้อมูลที่จะแสดงจะปรากฏดังรูป

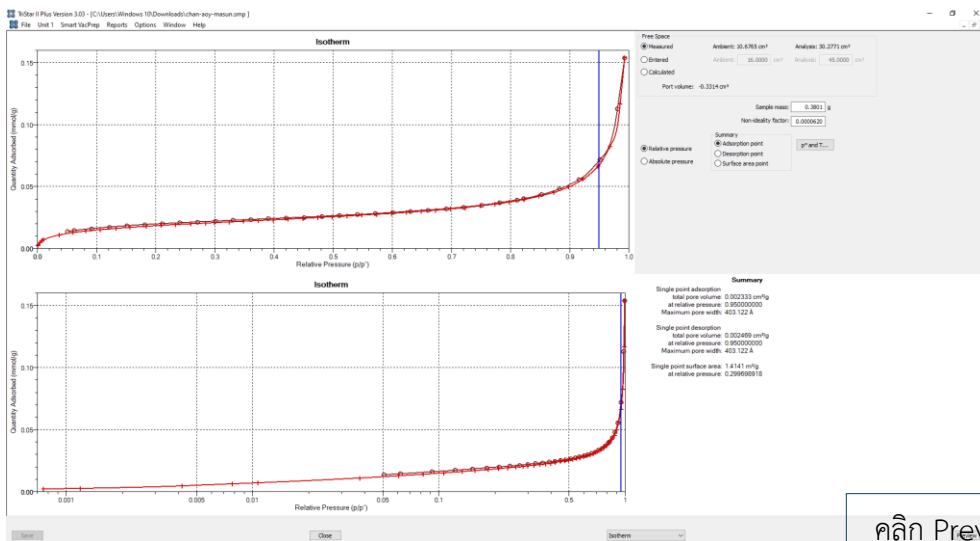


นักวิจัยสามารถนำผลการวิเคราะห์ตัวอย่างไปใช้ในการเขียนรายงานการวิจัยได้ง่ายมากยิ่งขึ้น

### 6.1.11 การนำข้อมูล (Data) ออกจากเครื่องคอมพิวเตอร์และวิธีการแปลงไฟล์

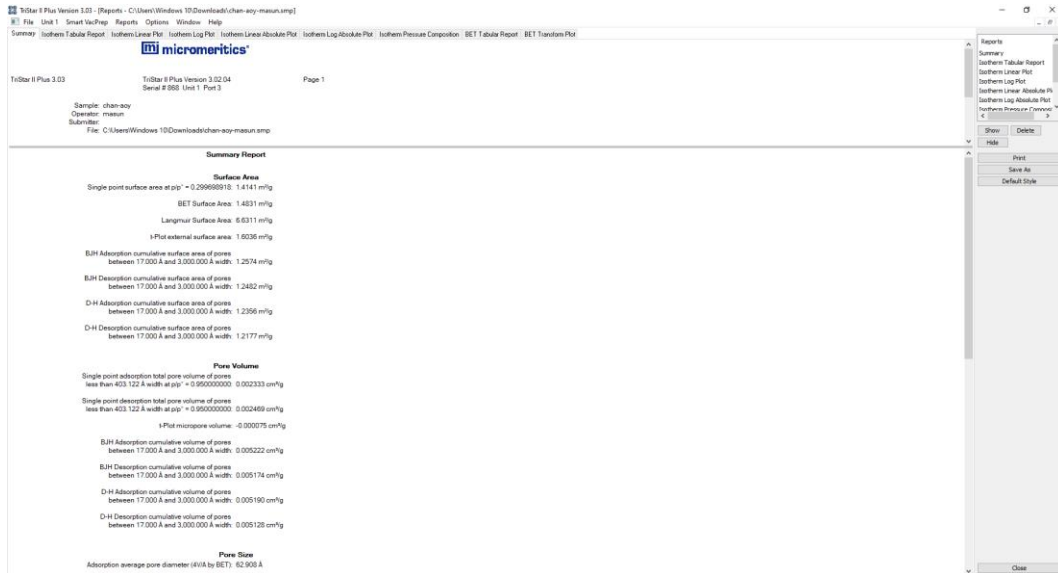
#### 6.1.11.1 ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์

เมื่อเครื่องวิเคราะห์เสร็จเรียบร้อยค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ จะปรากฏดังรูป เมื่อต้องการดูรายละเอียดข้อมูล สามารถดูได้โดยการคลิก Preview

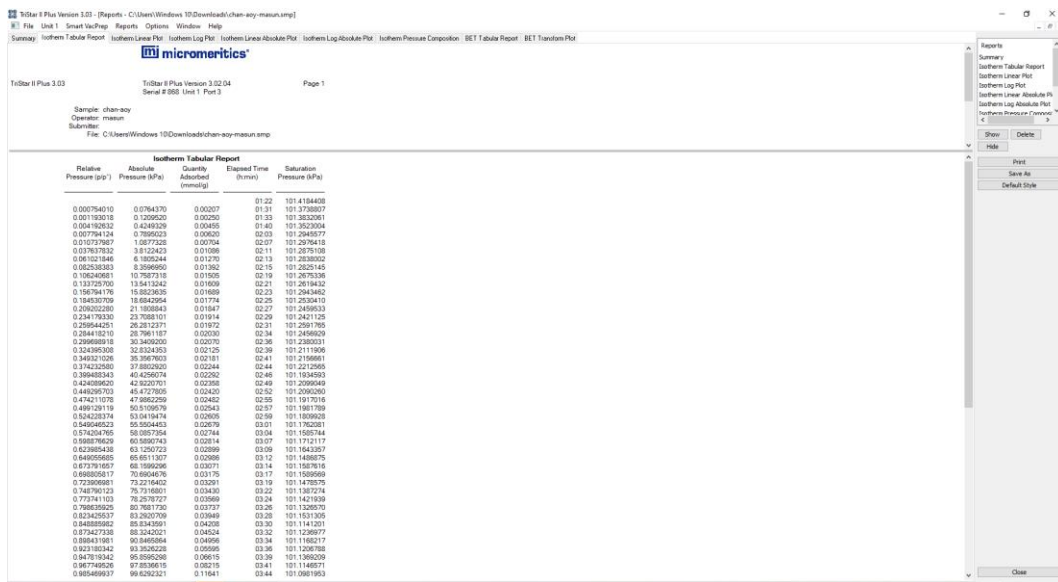


เมื่อคลิก Preview จะปรากฏหน้าต่างข้อมูลที่เครื่องเก็บข้อมูลจากการทำงานของเครื่องวิเคราะห์ โดยแสดงผลค่าทั้งหมดที่กำหนดไว้ก่อนการเริ่มวิเคราะห์ เช่น

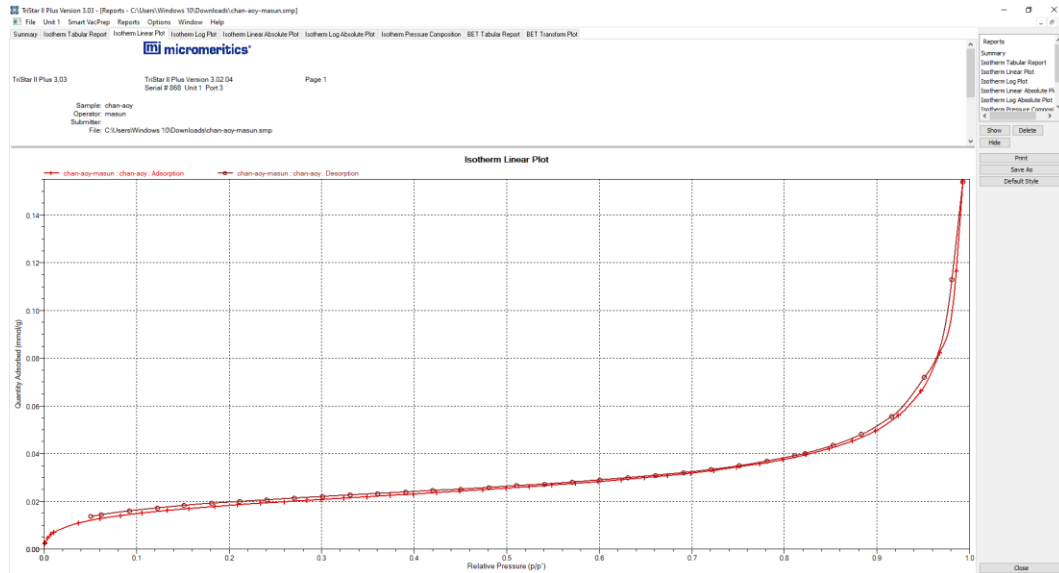
เมนูที่ 1 จะแสดงข้อมูล Summary ดังรูป



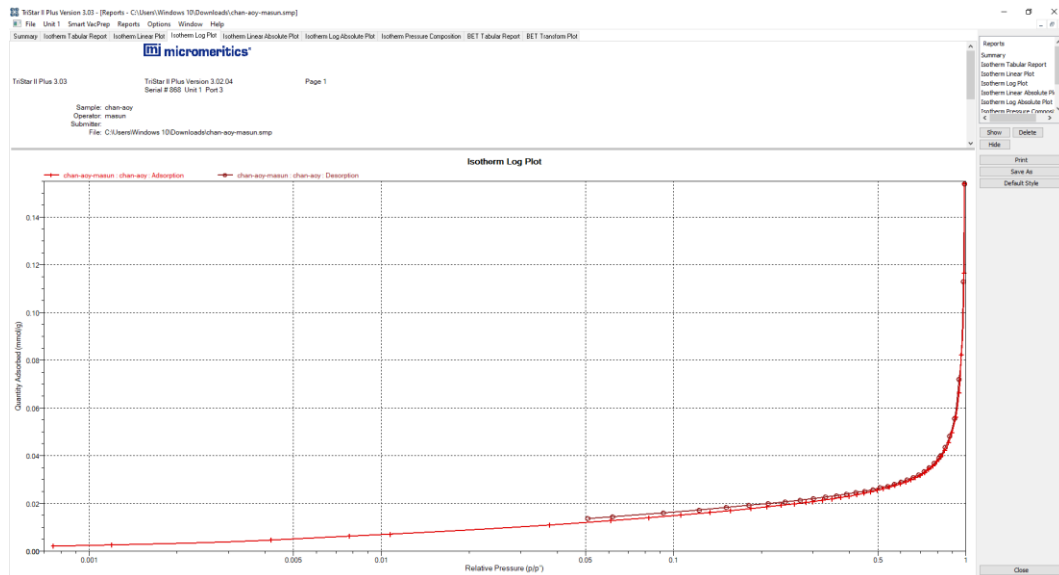
เมนูที่ 2 แสดงข้อมูล Isotherm Report ดังรูป



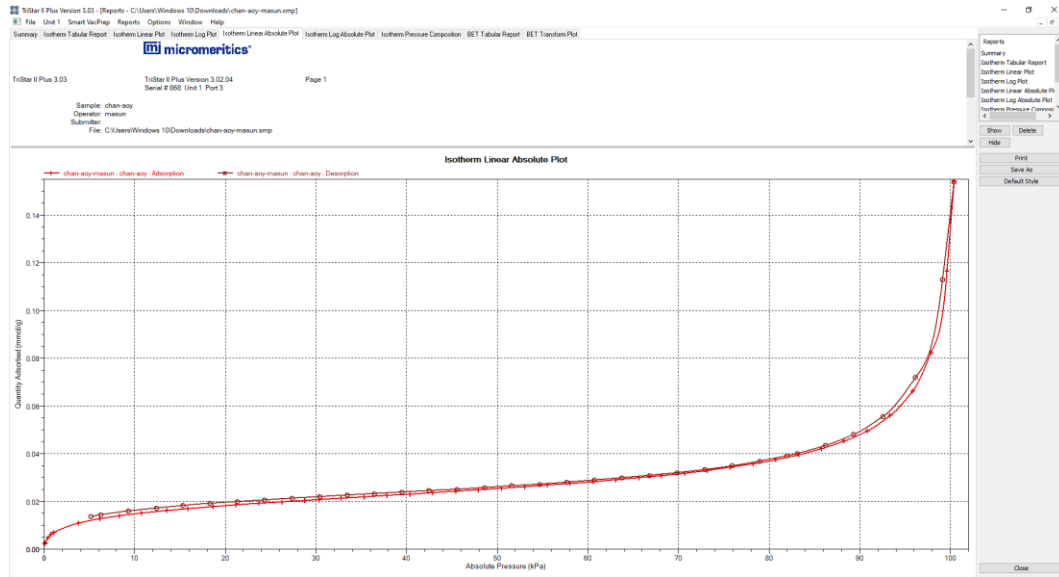
### เมนูที่ 3 แสดงข้อมูล Isotherm Linear Plot ดังรูป



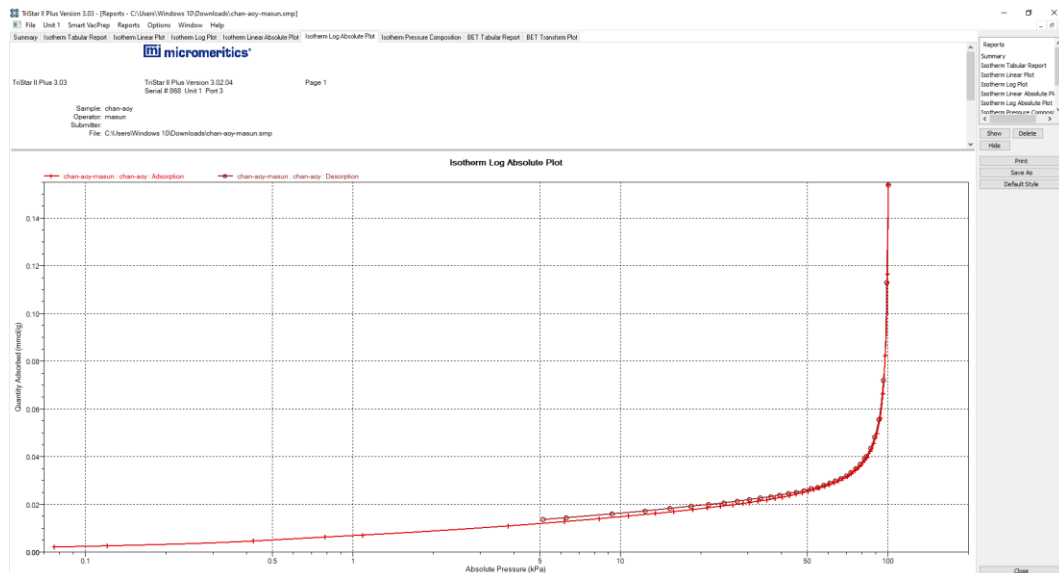
### เมนูที่ 4 แสดงข้อมูล Isotherm Log Plot ดังรูป



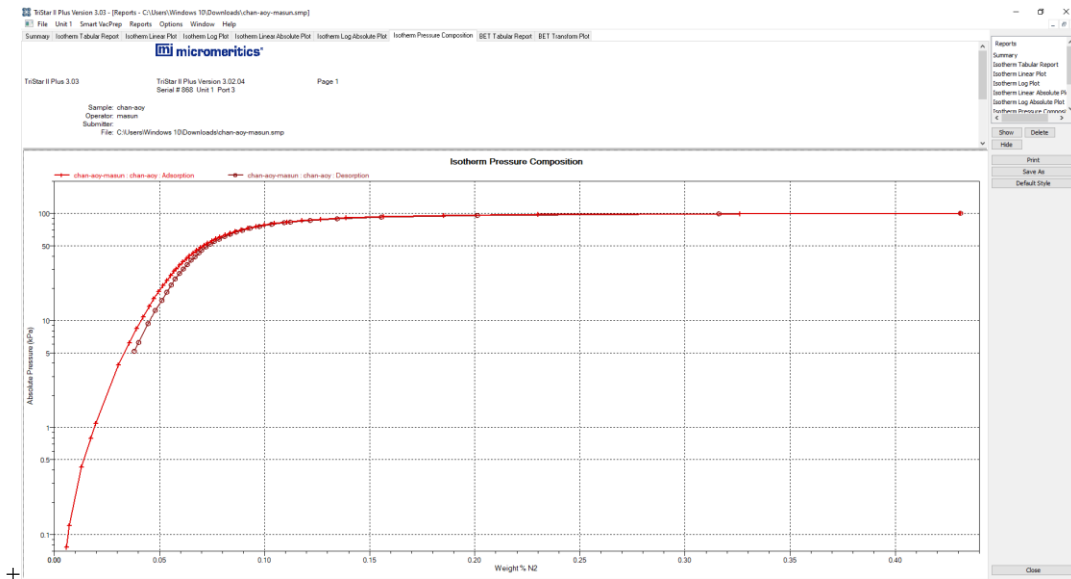
## เมนูที่ 5 แสดงข้อมูล Isotherm Linear Absolute Plot ดังรูป



## เมนูที่ 6 แสดงข้อมูล Isotherm Log Absolute Plot ดังรูป



## เมนูที่ 7 แสดงข้อมูล Isotherm Pressure Composition ดังรูป



## เมนูที่ 8 แสดงข้อมูล BET Tabular Report ดังรูป

The screenshot shows a BET Tabular Report from the software. The report includes the following parameters:

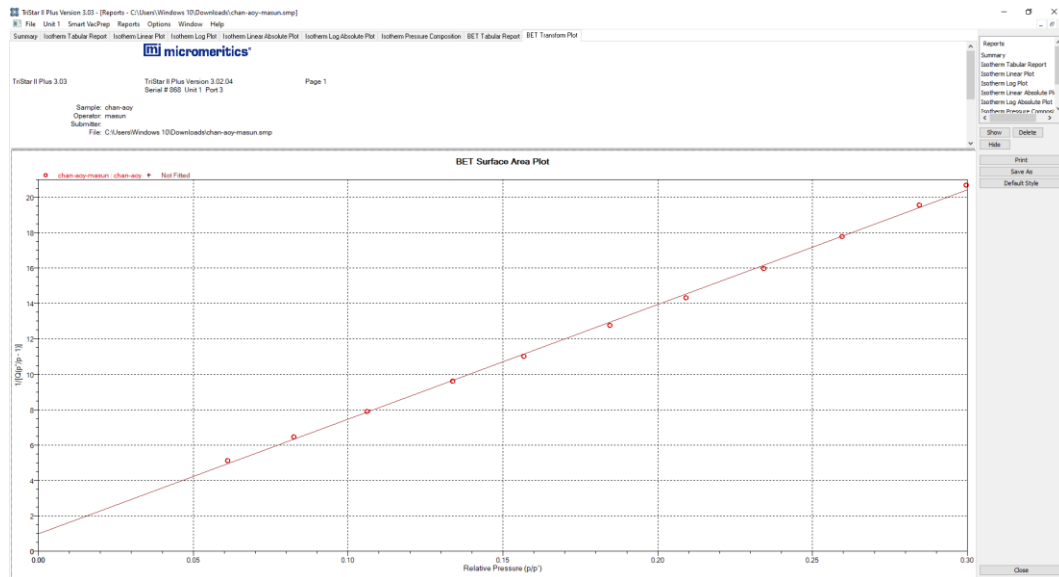
- BET surface area:  $1.4831 \pm 0.0160$  m<sup>2</sup>/g
- Slope:  $64.79817 \pm 0.69480$  g/mmol
- y-intercept:  $0.95143 \pm 0.15817$  g/mmol
- C: 87.023943
- Qm: 0.03202 mmol/g
- Correlation coefficient: 0.9994330
- Molecular cross-sectional area: 0.3602 nm<sup>2</sup>

The table below lists the data points used for the BET analysis:

Relative Pressure (p/p <sub>0</sub> )	Quantity Adsorbed (mmol/g)	1/(Q <sub>p</sub> - Q <sub>m</sub> )
0.061021846	0.01270	6.11804
0.062363253	0.01262	6.46234
0.106240681	0.01505	7.89735
0.131727302	0.01609	8.99950
0.156794176	0.01689	11.00912
0.166337029	0.01734	12.76318
0.206032280	0.01947	14.32090
0.224179330	0.01914	15.97417
0.259544251	0.01972	17.75903
0.264418210	0.02000	18.97696
0.296989918	0.02070	20.87696



## เมนูที่ 9 แสดงข้อมูล BET Transform Plot ดังรูป



รูปแบบการรายงานสามารถกำหนดเอง โดยหลังจากเครื่องวัดความพรุนได้ทำการวิเคราะห์ตัวอย่างเสร็จ ข้อมูลที่ได้สามารถนำออกจากเครื่องโดยการพิมพ์ คัดลอก และวางในแผ่นงานได้โดยตรง หรือสามารถนำข้อมูลไปเขียนกราฟ เพื่อจัดทำรายงานในรูปแบบต่างๆ ได้

Relative Pressure (ppb)	Absolute Pressure (kPa)	Quantity Adsorbed (mmol/g)	Elapsed Time (h:mm)	Saturation Pressure (kPa)
0.000028641	0.0017216	0.09633	01:29	64.0219440
0.000021957	0.0020651	0.19476	02:07	
0.000042791	0.0027652	0.29295	02:35	
0.000061390	0.0039671	0.39015	02:56	
0.000089904	0.0056097	0.48917	03:10	
0.000130035	0.0084031	0.58164	03:23	
0.000183132	0.0118342	0.67592	03:35	
0.000252591	0.0163227	0.76884	03:45	
0.000338088	0.0218475	0.86085	03:54	
0.000443475	0.0295576	0.95172	04:02	
0.000567694	0.0396895	1.04203	04:10	
0.000713793	0.0491261	1.12895	04:17	
0.000885942	0.0571212	1.21294	04:25	
0.001076657	0.0695747	1.29798	04:38	
0.001295922	0.0837438	1.38041	04:42	
0.002609153	0.1685422	1.72473	04:56	

A. ข้อมูล แสดง (กราฟ หรือ ข้อความ)  
 B. หัวข้อ  
 C. แท็บแสดงข้อมูล  
 D. กราฟฟิค  
 E. ชื่อ  
 F. แถบแสดงข้อมูล  
 G. แถบเครื่องมือ

การเปลี่ยนหัวกระดาษหรือโลโก้ สามารถเปลี่ยนแปลงได้ โดยวิธีการ คลิกขวา แล้วเลือก Edit ก็สามารถเพิ่มรายละเอียดหรือ โลโก้ ของหน่วยงานได้

Summary Isotherm Tabular Report Isotherm Linear Plot BET Tabular Report BET Transform Plot

**micromeritics®**  
0.5 m<sup>2</sup>/g Alumina

Confirm for TriStar II Plus 2.03.03      TriStar II 3020 V1.00  
Serial # 102 Unit 1 Port 2

Sample: Low Surface Area Alumina  
Operator: DWHEH  
Submitter: Unit #102  
File: C:\Confirm for TriStar II Plus\data\_alumina.smp

Started: 2/12/2008 12:53:55 PM      Analysis adsorptive: N<sub>2</sub>  
Completed: 2/12/2008 2:01:04 PM      Analysis bath temp.: 77  
Report time: 5/14/2018 1:15:20 PM      Thermal correction: No  
Sample mass: 0.9844 g      Ambient free space: 8.6716 cm<sup>3</sup> Measured  
Analysis free space: 24.2477 cm<sup>3</sup>      Equilibration interval: 10 s  
Low pressure dose: None      Sample density: 1.000 g/cm<sup>3</sup>

**Isotherm Tabular Report**

Relative Pressure (p/p <sup>*</sup> )	Absolute Pressure (kPa)	Quantity Adsorbed (mmol/g)	Elapsed Time (h:min)	Saturation Pressure (kPa)
---------------------------------------	-------------------------	----------------------------	----------------------	---------------------------

### 6.1.11.2 ตัวอย่างการรายงานผลการวิเคราะห์

TriStar II Plus 3.03    TriStar II Plus Version 3.02.04    Page 1

Serial # 868 Unit 1 Port 3

Sample : chan-aoy

Operator : masun

Submitter :

File : C:\Users\Windows 10\Downloads\chan-aoy-masun.smp

Started : 7/2/2565 11:29:51      Analysis adsorptive : N<sub>2</sub>

Completed : 10/2/2565 7:40:29      Analysis bath temp. : 77.300 K

Report time : 7/9/2565 15:58:27      Thermal correction : No

Sample mass : 0.3801 g      Ambient free space : 10.6765 cm<sup>3</sup> Measured

Analysis free space : 30.2771 cm<sup>3</sup>      Equilibration interval l : 10 s

Low pressure dose : None      Sample density : 1.000 g/cm<sup>3</sup>

Automatic degas : No

#### BET Report

BET surface area : 1.4831 ± 0.0160 m<sup>2</sup>/g

Slope : 64.79817 ± 0.69480 g/mmol

Y-intercept : 0.98143 ± 0.13817 g/mmol

C : 67.023948

Q<sub>m</sub> : 0.01520 mmol/g

Correlation coefficient : 0.9994830

Molecular cross-sectional area : 0.1620 nm<sup>2</sup>

Relative Pressure (p/p°)	Quantity Adsorbed (mmol/g)	1/[Q(p°/p - 1)]
	---	
0.061021846	0.01270	5.11804
0.082538383	0.01392	6.46324
0.106240681	0.01505	7.89725
0.133725700	0.01609	9.59550
0.156794176	0.01689	11.00912
0.184530709	0.01774	12.75318
0.209202280	0.01847	14.32050
0.234179330	0.01914	15.97417
0.259544251	0.01972	17.77593
0.284418210	0.02030	19.57896
0.299698918	0.02070	20.67696

TriStar II Plus 3.03 TriStar II Plus Version 3.02.04 Page 1

Serial # 868 Unit 1 Port 3

Sample : chan-aoy

Operator : masun

Submitter :

File : C:\Users\Windows 10\Downloads\chan-aoy-masun.smp

Started : 7/2/2565 11:29:51

Analysis adsorptive : N2

Completed : 10/2/2565 7:40:29

Analysis bath temp. : 77.300 K

Report time : 7/9/2565 15:58:27

Thermal correction : No

Sample mass : 0.3801 g

Ambient free space : 10.6765 cm<sup>3</sup> Measured

Analysis free space : 30.2771 cm<sup>3</sup>

Equilibration interval t : 10 s

Low pressure dose : None

Sample density : 1.000 g/cm<sup>3</sup>

Automatic degas : No

### BET Report

BET surface area : 1.4831 ± 0.0160 m<sup>2</sup>/g

Slope : 64.79817 ± 0.69480 g/mmol

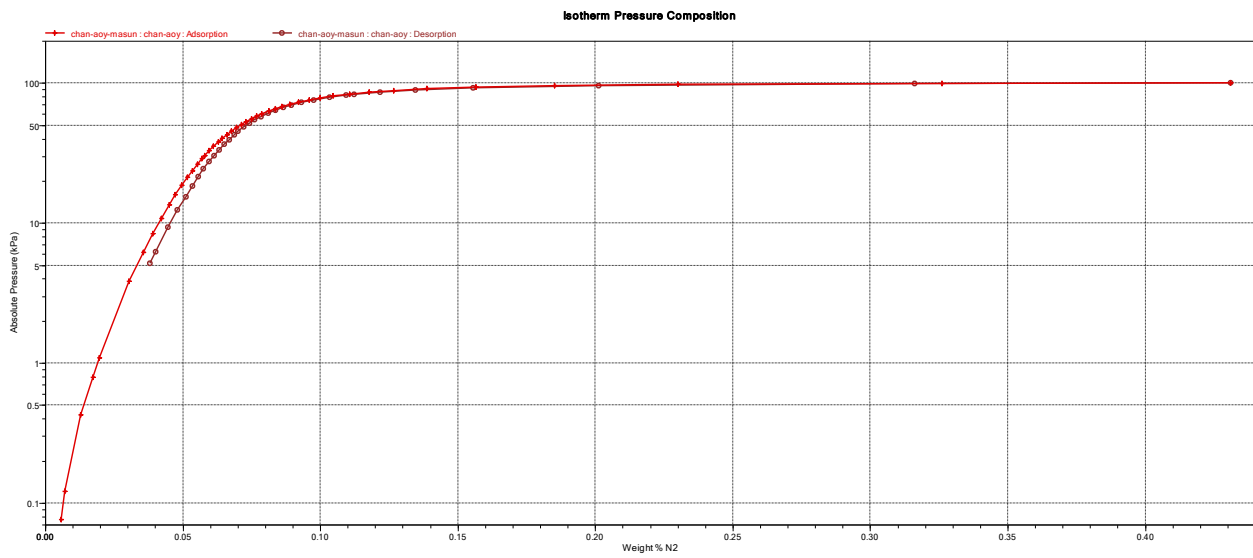
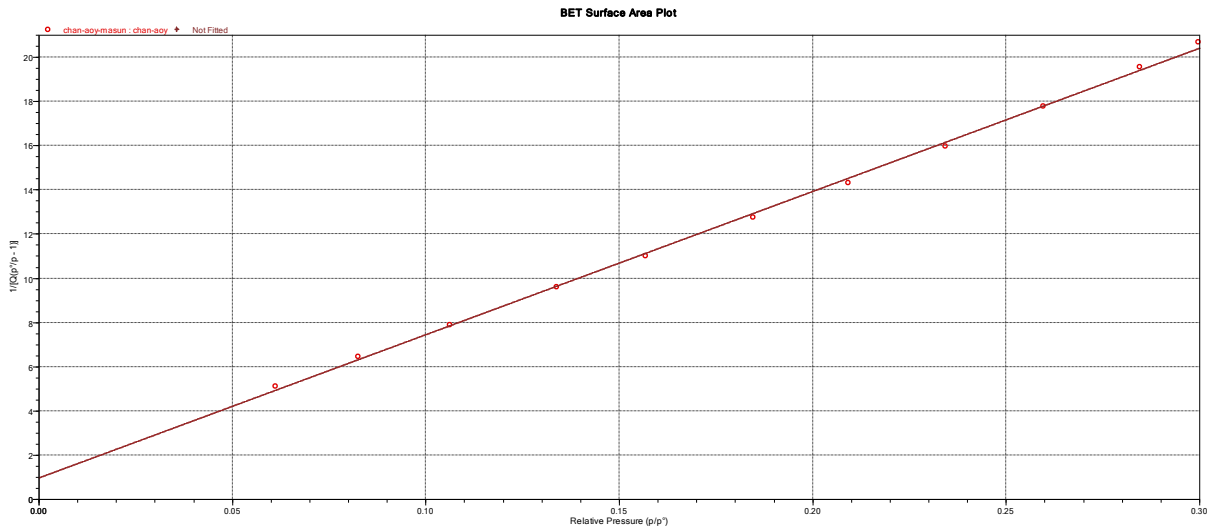
Y-intercept : 0.98143 ± 0.13817 g/mmol

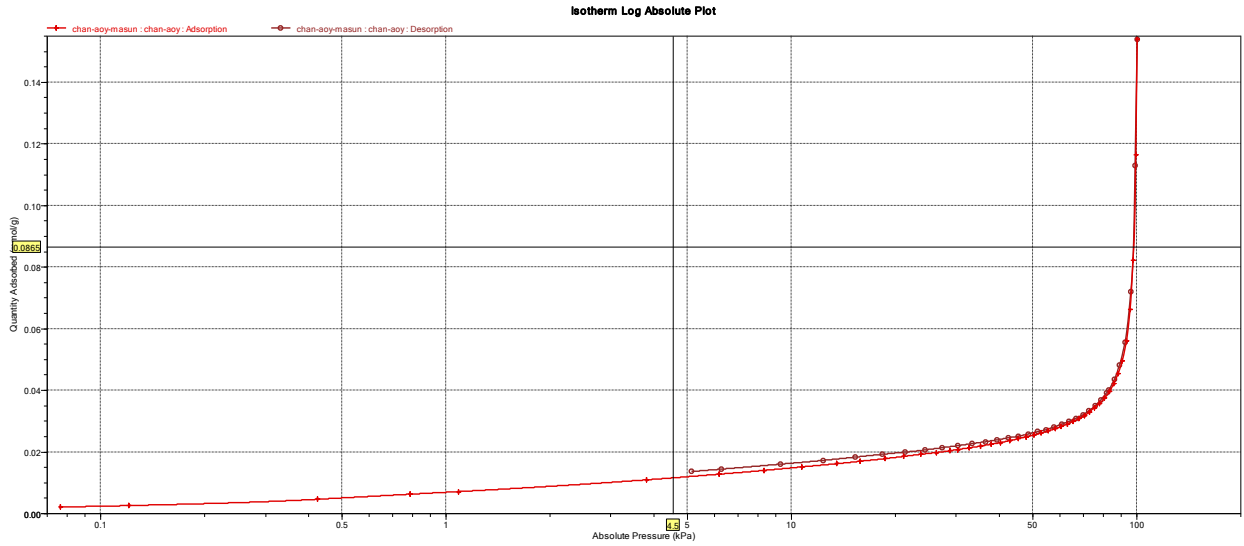
C : 67.023948

Qm : 0.01520 mmol/g

Correlation coefficient : 0.9994830

Molecular cross-sectional area : 0.1620 nm<sup>2</sup>





## 6.2 หาขนาดรูพรุนระดับ micropore ด้วย CO<sub>2</sub> (0.35-2 nm) (หาค่า Pore size distribution, จาก สามารถ DFT)

เป็นการวิเคราะห์โดยใช้แก๊สคาร์บอน ซึ่งสามารถหาค่าที่ขนาด 0.35-5 นาโนเมตร มีวิธีวิเคราะห์ดังต่อไปนี้

6.2.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ คือ ชุดควบคุมอุณหภูมิด้วย Refrigerated Liquid Circulator สามารถควบคุมอุณหภูมิได้ตั้งแต่ -10 ถึง 150 องศาเซลเซียส หรือกว้างกว่า ดังรูป



ISO Controller Sub-Ambient, Thermoelectric Cooled Dewar



น้ำยาหล่อเย็นหม้อน้ำ

6.2.2 นำน้ำผสมน้ำยาหล่อเย็นหม้อน้ำ ใส่ในเครื่องควบคุมอุณหภูมิ (น้ำ 230 ml., น้ำหล่อเย็น 70 ml.) หรือตามจุดที่กำหนด

6.2.3 นำเครื่องควบคุมอุณหภูมิ วางในเครื่องวิเคราะห์ ดังรูป



6.2.4 ตั้งอุณหภูมิของเครื่องควบคุมอุณหภูมิที่ 0 องศาและรอให้อุณหภูมิอยู่ที่ 0 องศา

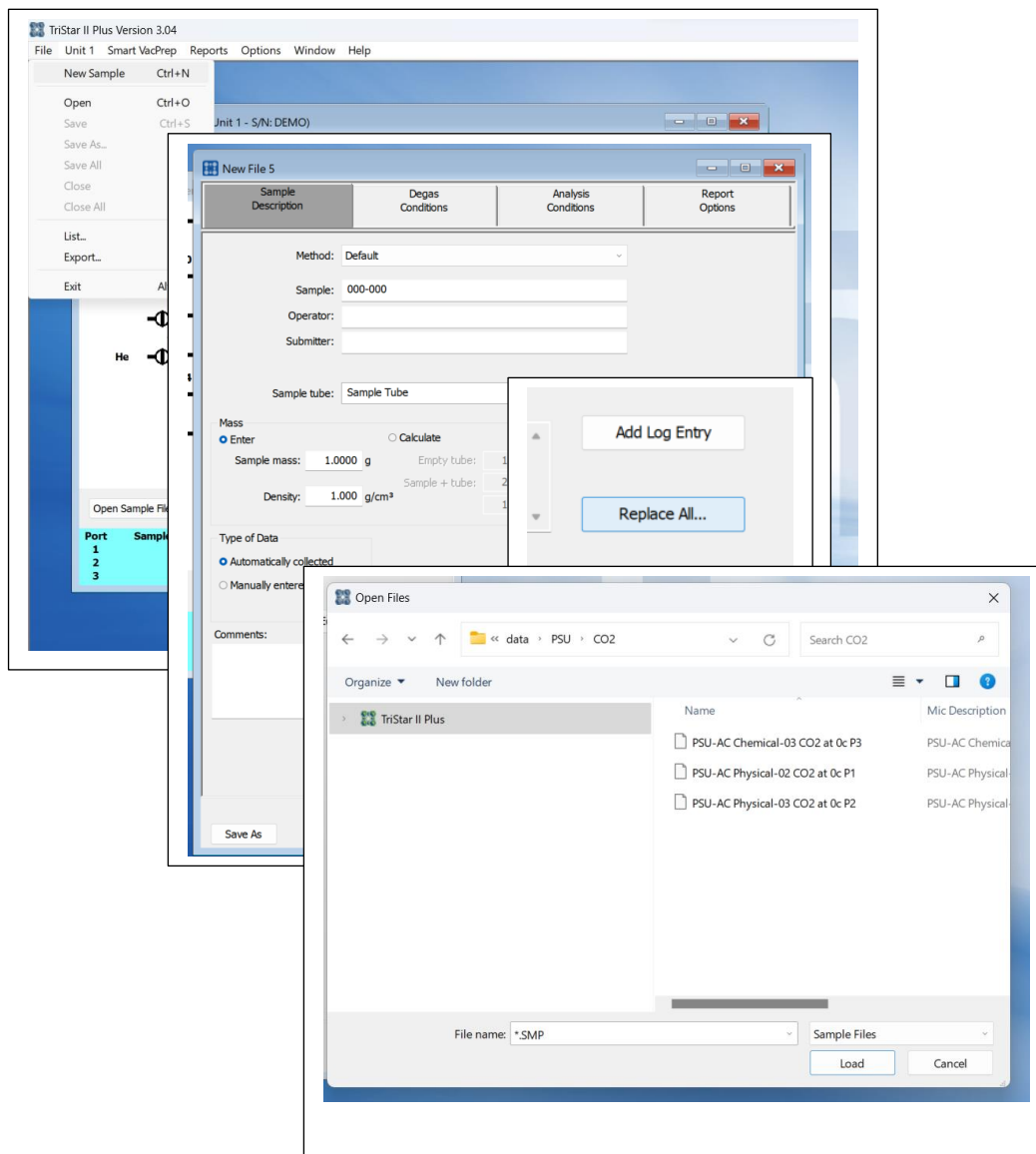


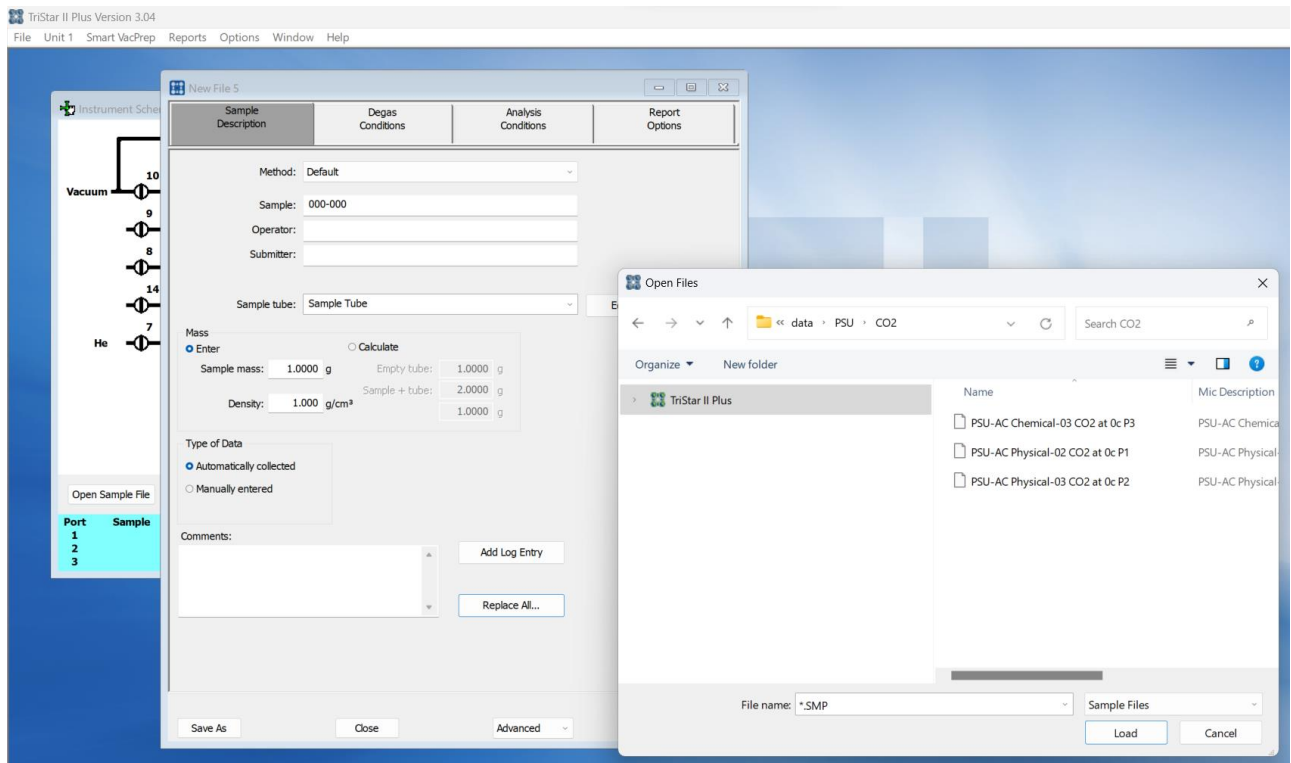
กดปุ่มขึ้น,ลง  
เพื่อเพิ่ม,ลด



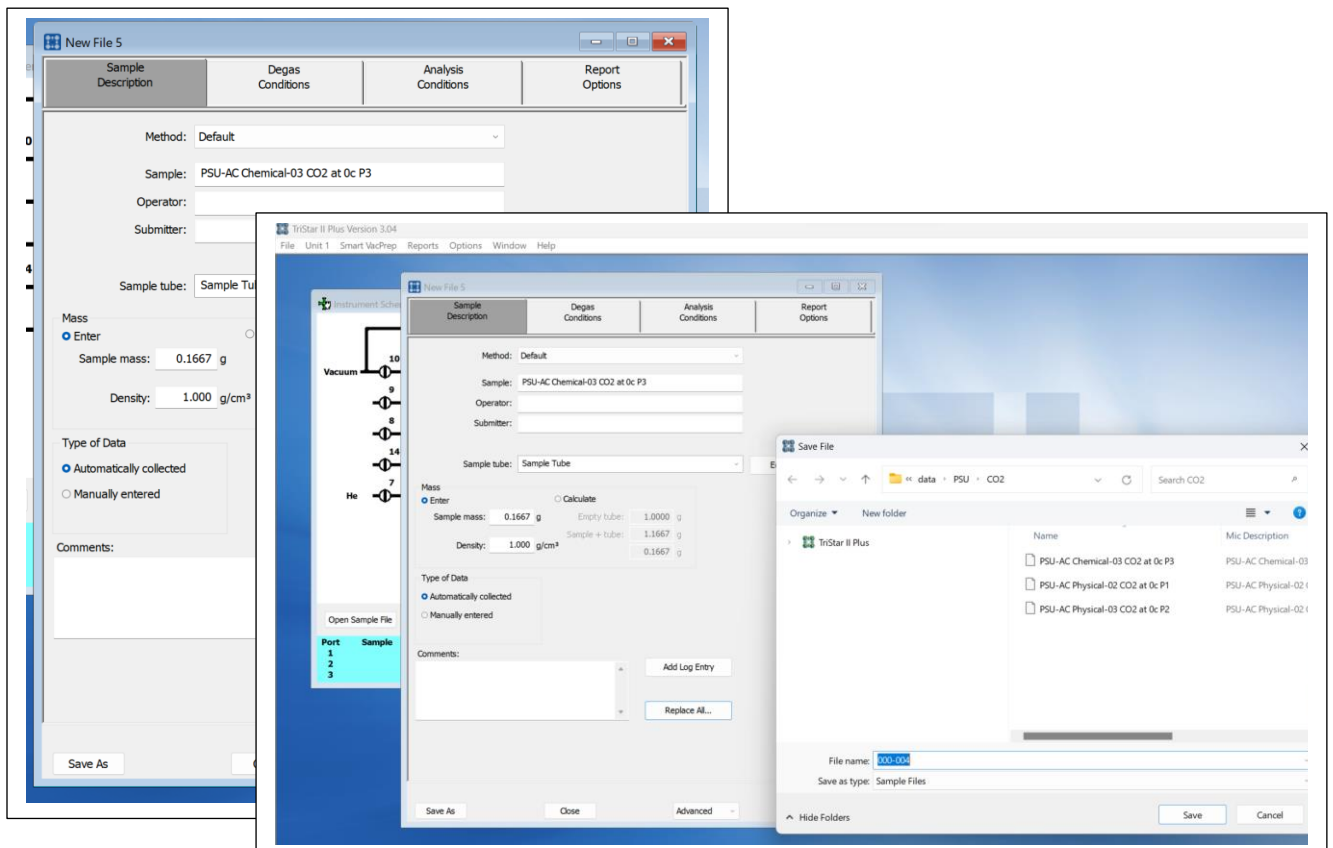
6.2.5 ตั้งค่าในโปรแกรมเพื่อกำหนดวิธีสำหรับการวิเคราะห์ เหมือนกับการตั้งค่าวิเคราะห์โดยวิธีที่ 1 แต่ มีการตั้งค่างานทดสอบ ซึ่งมีค่ามาตรฐานไว้เป็นที่เรียบร้อยแล้ว ดังนั้นเราสามารถเลือก ค่าที่ต้องการวิเคราะห์ได้โดยวิธีการดังต่อไปนี้

6.2.5.1 เปิดโปรแกรม ไปที่ File → New Sample → Replace All... → เลือกที่อยู่  
ขอไฟล์ที่ตั้งค่าไว้ → Load






จะปรากฏหน้าต่างต่าง ให้คลิก Save as... ตั้งชื่อตัวอย่างใหม่ และคลิก Save



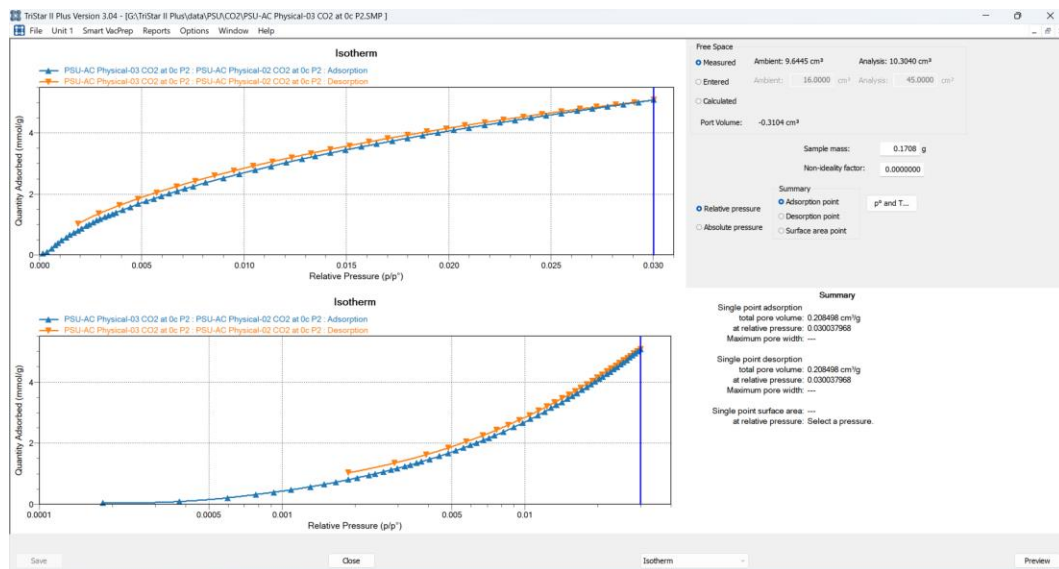


6.2.6 ทดลองเลื่อนเครื่องควบคุมอุณหภูมิ เพื่อตรวจสอบให้แน่ใจว่าเครื่องควบคุมอุณหภูมิไม่ชนกับหลอดตัวอย่างที่ใส่ไว้กับตัวเครื่อง โดยคลิกที่  เพื่อเลื่อนขึ้น เมื่อเช็คแล้วว่าไม่ชนแล้วให้เลื่อนลงอีกครั้ง

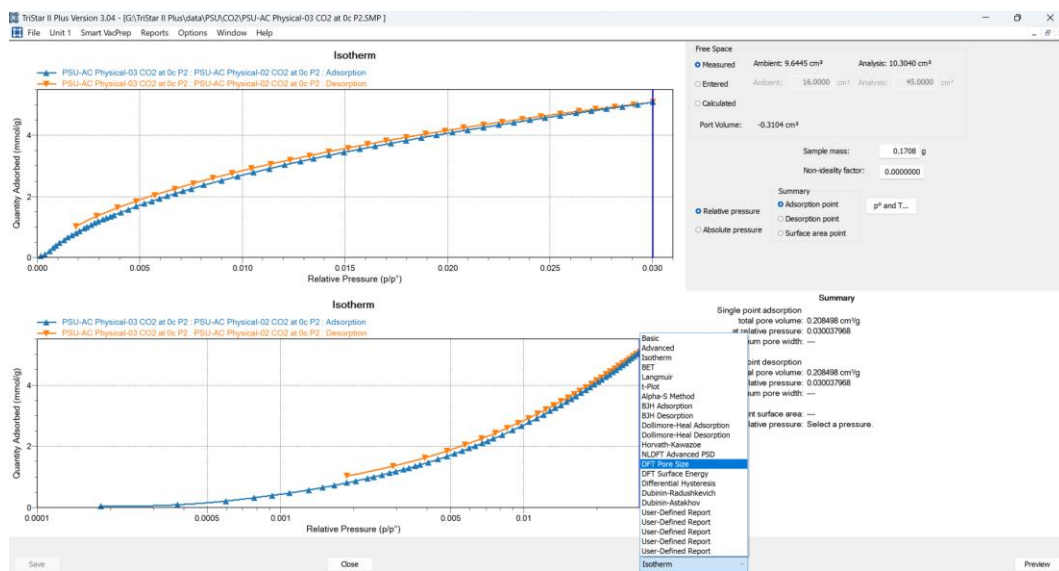
6.2.7 การเริ่มวิเคราะห์ ดำเนินการเหมือนกับการวิเคราะห์โดยใช้วิธีที่ 1

6.2.8 นำตัวอย่างออกจากเครื่องวิเคราะห์ ดำเนินการเหมือนกับการวิเคราะห์โดยใช้วิธีที่ 1

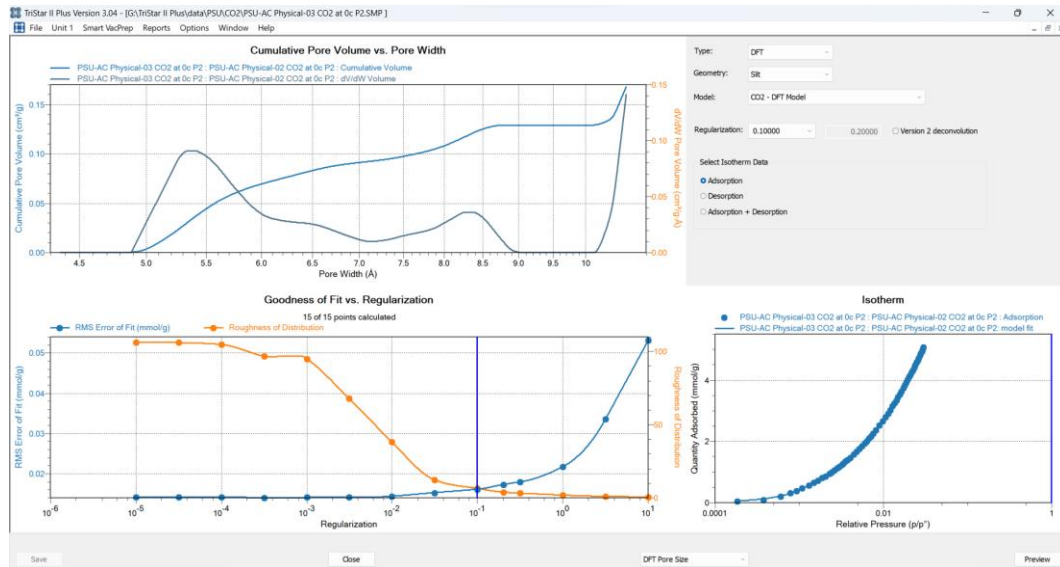
6.2.9 ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์



สามารถดูค่า Pore size distribution ได้จากสมการ DFT



ค่าที่ได้จาก DFT Pore size



## 7. การรายงานผลการวิเคราะห์

ผลการวิเคราะห์ที่ได้ สามารถนำค่ารายงานออกเป็น 3 รูปแบบ คือ pdf, Excel, TXT

TriStar II Plus Version 3.04 - [Reports - G:\TriStar II P...PSU-AC Physical-02 CO2 at 0c P2.SMP]

File Unit 1 Smart VacPrep Reports Options Window Help

Summary | Isotherm Tabular Report | Isotherm Linear Plot | Isotherm Log Plot | Isotherm Linear Absolute Plot | Isotherm Log Absolute Plot | Isotherm Pressure Composition | Horvath-Kawazoe Report | Horvat

micromeritics

TriStar II Plus 3.04      TriStar II Plus Version 3.02.04      Page 1  
Serial # 868 Unit 1 Port 2

Sample: PSU-AC Physical-02 CO2 at 0c P2  
Operator:

**Temkin**  
q alpha/Cm: 1.878860 ± 0.077686 kJ/mol (mmol/g)  
A: 0.3454 ± 0.0772 kPa

Volume in Pores	<	4.37 Å	:	0.00000 cm³/g
Total Volume in Pores	<=	10.66 Å	:	0.16788 cm³/g
Area in Pores	>	10.66 Å	:	368.632 m²/g
Total Area in Pores	>=	4.37 Å	:	856.413 m²/g

**Horvath-Kawazoe**  
Maximum pore volume at p/p⁰ = 0.030037968: 0.208498 cm³/g  
Median pore width: 4.088 Å

**Dubinin-Astakhov**  
Micropore surface area: 877.0079 m²/g  
Limiting micropore volume: 0.347438 cm³/g

**MP-Method**  
Cumulative surface area of pores between 2.9982 Å and 2.9982 Å hydraulic radius: 0.00000 m²/g  
Cumulative pore volume of pores between 2.9982 Å and 2.9982 Å hydraulic radius: 0.0000000 cm³/g  
Average pore hydraulic radius (V/A): 0.0000 Å

## ตัวอย่างรายงานค่าแบบ Excel

Column	Content
2	TriStar II F TriStar II F Page 1
3	Serial # 868 Unit 1 Port 3
6	Sample: PSU-AC Chemical-03 CO2 at 0c P3
7	Operator:
8	Submitter:
9	File: C:\Users\win10\Desktop\Customer Results\
12	Started: 5/3/2567 1 Analysis a CO2
13	Completed: 6/3/2567 C Analysis b 0.000 °C
14	Report time: 11/3/2567 Thermal c: No
15	Sample mass: 0.1667 g Ambient free space: 9.2035 cm³ Measured
16	Analysis free space: 9.8128 cm³ Equilibration: 10 s
17	Low pressure dose: None Sample density: 1.000 g/cm³
18	Automatic degas: No
26	Summary Report
27	Isotherm Tabular Report
28	Relative P/Absolute F Quantity A Elapsed Time Saturation
29	0.000187 4.974179 0.646097 01.17 26559
30	Surface Area

## ตัวอย่างรายงานค่าแบบ pdf



TriStar II Plus 3.02

TriStar II Plus Version 3.02.04  
Serial # 868 Unit 1 Port 3

Page 1 of 46

Sample: PSU-AC Chemical-03 CO2 at 0c P3

Operator:

Submitter:

File: C:\Users\win10\Desktop\Customer Results\SKRU\PSU-AC Chemical-03 CO2 at 0c P3.SMP

Started: 5/3/2567 12:25:40

Completed: 6/3/2567 0:37:07

Report time: 11/3/2567 16:39:03

Sample mass: 0.1667 g

Analysis free space: 9.8128 cm³

Low pressure dose: None

Automatic degas: No

Analysis adsorptive: CO2

Analysis bath temp.: 0.000 °C

Thermal correction: No

Ambient free space: 9.2035 cm³ Measured

Equilibration interval: 10 s

Sample density: 1.000 g/cm³

## Summary Report

## Surface Area

Langmuir Surface Area: 312.1840 m²/g

## Pore Volume

Single point adsorption total pore volume of pores  
less than -- width at P/Po = 0.030101726: 0.095293 cm³/gSingle point desorption total pore volume of pores  
less than -- width at P/Po = 0.030101726: 0.095293 cm³/g

## Pore Size

Adsorption average pore diameter (4V/A by Langmuir): 1.2210 nm

Desorption average pore diameter (4V/A by Langmuir): 1.2210 nm

## Freundlich

Qm-C: 0.6651 ± 0.0515 cm³/g STP

## ตัวอย่างรายงานค่าแบบ TXT

```

PSU-AC Physical-03 CO2 at 0c P2  x  +
File Edit View

|

TriStar II Plus 3.04   TriStar II Plus Version 3.02.04   Page 1
Serial # 868   Unit 1   Port 2

Sample:   PSU-AC Physical-02 CO2 at 0c P2
Operator:
Submitter:
File:     G:\TriStar II Plus\data\PSU\CO2\PSU-AC Physical-03 CO2 at 0c P2.SMP

        Started:   5/3/2567 12:25:40   Analysis adsorptive:   CO2
        Completed: 6/3/2567 0:37:07   Analysis bath temp.:   273.150 K
        Report time: 14/3/2567 17:12:46   Thermal correction:    No
        Sample mass: 0.1708 g           Ambient free space:     9.6445 cm³ Measured
        Analysis free space: 10.3040 cm³           Port volume:           -0.3104 cm³
Equilibration interval: 10 s           Low pressure dose:     None
        Sample density: 1.000 g/cm³           Automatic degas:       No

Summary Report

        Surface Area

Langmuir Surface Area:   838.7587 m²/g

        Pore Volume

Single point adsorption total pore volume of pores
less than --- width at p/p° = 0.030037968:   0.208498 cm³/g

Single point desorption total pore volume of pores
less than --- width at p/p° = 0.030037968:   0.208498 cm³/g

        Pore Size

```

แบบฟอร์มบันทึกข้อมูลตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์

ชื่อตัวอย่าง .....

ลักษณะ/ประเภทของตัวอย่าง .....

- วิเคราะห์โดยวิธี  หาพื้นที่ผิว และรูพรุนระดับ mesopore (0.35-2 nm)
- หาขนาดรูพรุนระดับ micropore (2-300 nm)

น้ำหนักตัวอย่าง

1. น้ำหนักหลอดเปล่า + จุกยาง = .....กรัม
2. น้ำหนักตัวอย่างไม่น้อยกว่า 0.2 กรัม = .....กรัม
3. น้ำหนักหลอดเปล่า + จุกยาง + น้ำหนักตัวอย่าง = .....กรัม (ก่อน degas )
4. น้ำหนักหลอดเปล่า + จุกยาง + น้ำหนักตัวอย่าง = .....กรัม (หลัง degas )

บันทึกรายละเอียดการ degas

1. เริ่ม degas เวลา .....น.
2. Degas เสร็จสิ้นเวลา .....น.
3. อุณหภูมิที่ใช้ degas .....องศา

บันทึก/ข้อสังเกตระหว่างการวิเคราะห์