

美国 **Tousimis** 临界点干燥仪  
**Samdri-PVT-3D** 用户使用手册



联系电话：020-89629157, 020-34328047

联系手机：13824460726 黎冠超

邮箱：kfi\_info@163.com

2889520528@qq.com

公司网址：www.kefu-instrument.com

## 目 录

一、Overview 概观 .....	3
二、安装准备 .....	5
三、安装 Samdri-PVT-3D .....	5
四、操作使用步骤 .....	8
五、图示说明 .....	12
六、使用维护须知 .....	13
附录一 .....	15

## Samdri-PVT-3D 临界点干燥仪 用户使用手册

### 一、Overview 概观

**SAMDRI®-PVT-3D**  
THE ADVANCED MANUAL CRITICAL POINT DRYER

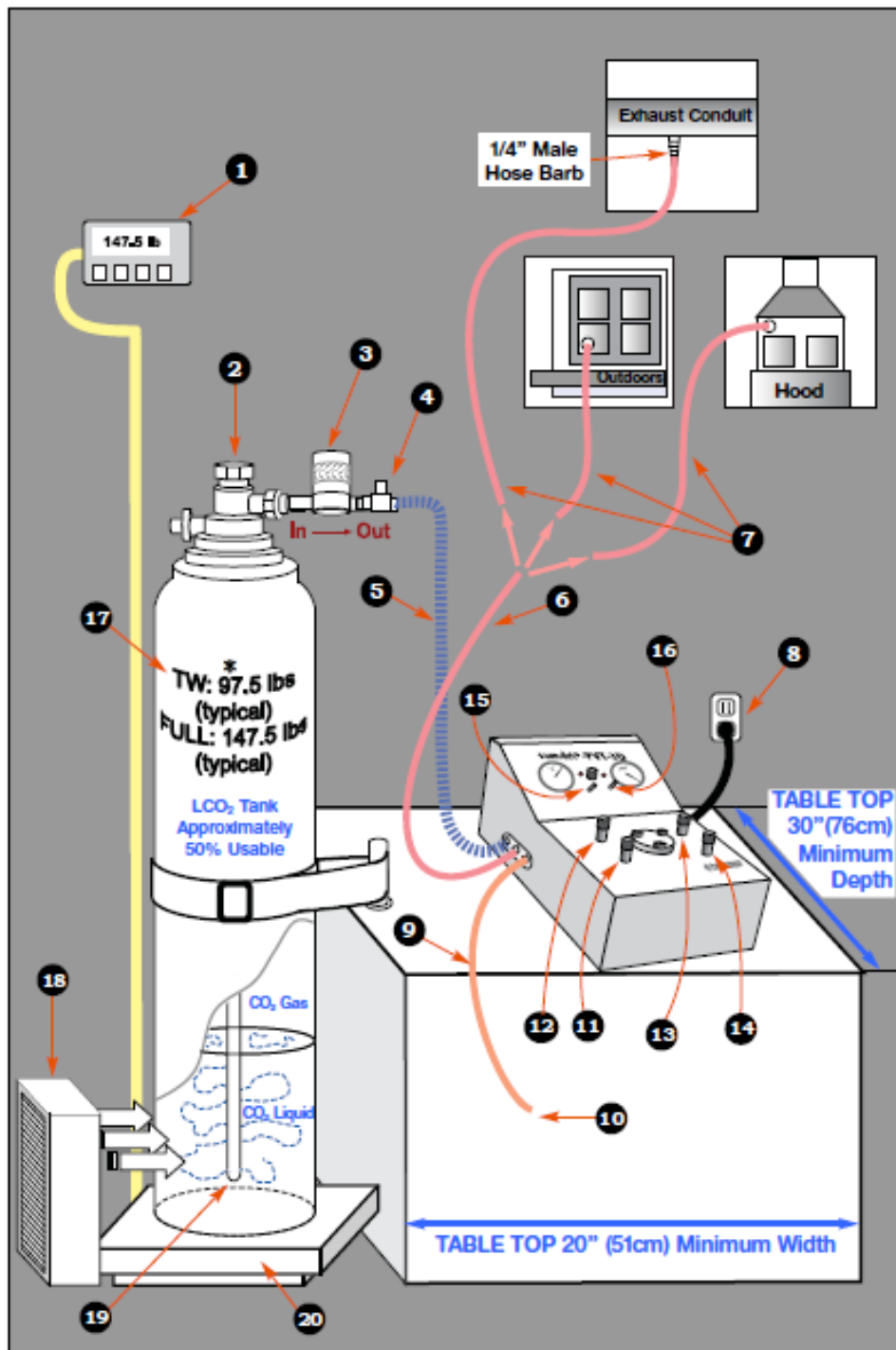



**Samdri-PVT-3D 临界点干燥仪主机**

标准配置包括：高压不锈钢 LCO<sub>2</sub> 管（内衬 Teflon）1.5 米长；外部 LCO<sub>2</sub> 过滤装置，去除水/油以及颗粒；防静电排气管，用于 PURGE/VENT/BLEED 和 COOL 时的排气；流量计，可精确控制 BLEED 的排气速率；样品室 O 型圈 2 个，样品室 LED 照明灯 1 个，5A 保险丝 2 个；安装工具一套；用户手册 1 本。

## SAMDRI®-PVT-3D Setup Overview

- 1 Remote LCD readout display of LCO<sub>2</sub> Tank Weight
- 2 Main LCO<sub>2</sub> Tank ON/OFF Valve
- 3 Oil/Water Filter Housing of LCO<sub>2</sub> Filter Assembly (#8784)
- 4 T-Filter w/ 0.5µm Element of LCO<sub>2</sub> Filter Assembly (#8784)
- 5 High Pressure Hose, 5ft (other lengths available upon request)
- 6 COOL / BLEED Exhaust Hose, White (1/4" ID), 6ft
- 7 COOL / BLEED CO<sub>2</sub> Exhaust Vented to either Hood, Exhaust Conduit, or Outdoors.
- 8 120V Properly Grounded Outlet (from either Wall Outlet or Transformer)
- 9 PURGE / VENT Exhaust Hose, Clear (1/4" ID), 6ft
- 10 PURGE/VENT Exhaust Hose routed to either an Erlenmeyer Flask, a Carboy (1 gal minimum) or Solvent Drain (if available)
- 11 FILL Motor Valve
- 12 COOL Motor Valve
- 13 BLEED Motor Valve
- 14 PURGE/VENT Motor Valve
- 15 POWER SWITCH
- 16 HEAT SWITCH
- 17 Tare Weight Varies (Consult your LCO<sub>2</sub> supplier. Usually stamped on tank)
- 18 Ceramic Heater or Heater Jacket maybe required in a cold tank placement position
- 19 Siphon or Dip Tube
- 20 LCO<sub>2</sub> Tank Scale (part 8770-54)




  
 \* At Room Temperature (20°C - 24°C), average LCO<sub>2</sub> tank pressure is 800psi (+/- 5%).

## 二、安装准备

- 1、保持所有表面洁净。准备一张尺寸至少宽 51cm 和深 76cm 的桌子放置临界点干燥仪，另外需腾出宽 31cm 和长 31cm 的地方用于放置液态二氧化碳钢瓶。
- 2、准备至少 1 瓶（建议 2 瓶，一瓶备用）的液态二氧化碳（LCO<sub>2</sub>），要求液态二氧化碳钢瓶是带虹吸管的钢瓶，钢瓶不需要像氦气或者其他气体的减压阀。要求液态二氧化碳纯度至少是 99.8%，能有三个 9 更好。充满液态二氧化碳的钢瓶压力在室温下（20-24 摄氏度）一般是 800 psi (±5%)，计算钢瓶里的液态二氧化碳最好是使用秤来称量，所以也建议准备 1 个电子称，量程 200 lb 左右。







一般正常的 LCO<sub>2</sub> 重量如下：（LCO<sub>2</sub> 的重量为 50 lb，约 23Kg）  
充满 LCO<sub>2</sub> 的钢瓶毛重为 140-170 lb/钢瓶的皮重为 90-120 lb（约 40-55kg）；  
大部分情况下只能使用钢瓶中 LCO<sub>2</sub> 的一半，即只能使用 50% 50 lb 的 LCO<sub>2</sub> 就得换钢瓶，所以实验室最好备用一个充满 LCO<sub>2</sub> 的钢瓶，以防在仪器运行过程中 LCO<sub>2</sub> 使用完了，在这种情况下，可以随时更换钢瓶，让仪器继续运气后续的程序。



- 注意：在天气冷的冬天，最好放一个小型的陶瓷加热器在 LCO<sub>2</sub> 钢瓶旁边给钢瓶加热，确保液态二氧化碳正常流出。因为在天气很冷的情况下，LCO<sub>2</sub> 钢瓶压力会下降，导致难以流出液态二氧化碳，钢瓶的外部温度在 20-25 摄氏度最适宜
- 3、仪器使用 220V/60HZ 电源供电，供电电源处离仪器要在 4ft（1 米 2）以内；
  - 4、准备一个大烧瓶，用于收集置换过程排出的乙醇废液；排气管可以接到通风厨或者排气导管。

## 三、安装 Samdri-PVT-3D

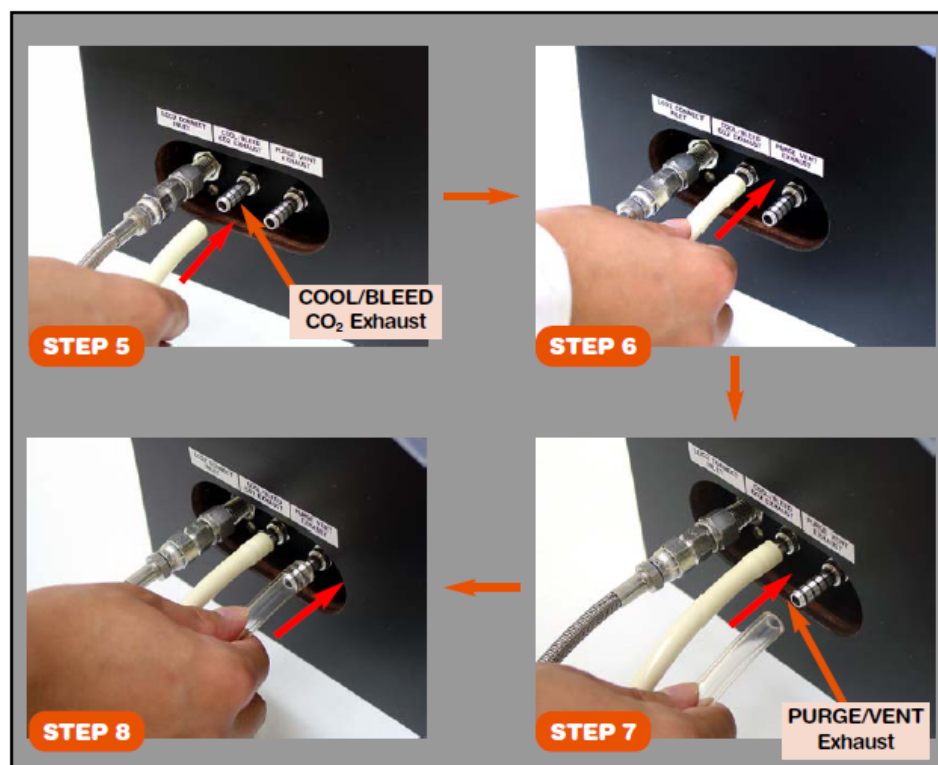
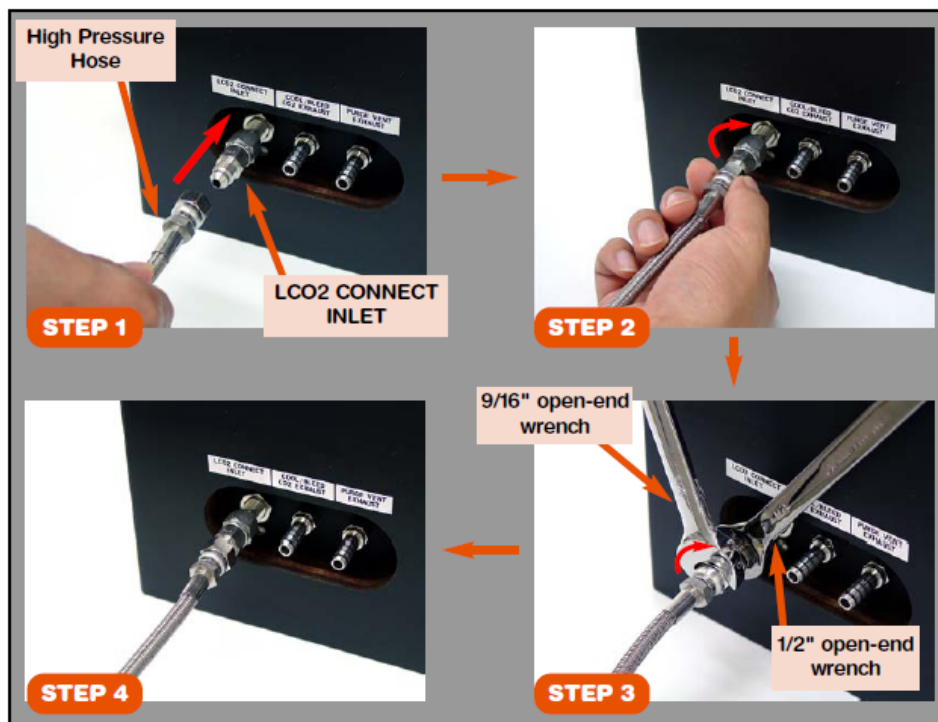
- 1、将高压不锈钢管与液态二氧化碳钢瓶连接，注意两个事项：一个是看下高压不锈钢的螺帽是否与中国钢瓶吻合，如果不吻合，需要去当地五金店买个适合的螺帽，把美国版的螺帽卸下，换上中国标准的螺帽，再与液态二氧化碳钢瓶连接，第二是注意螺帽里面的白色垫片，这个垫片很重要，要把垫片垫进螺帽再连接钢瓶，否则会有可能出现漏气；
- 2、LCO<sub>2</sub> 过滤元件安装，把白色 LCO<sub>2</sub> 过滤元件拿出来，按照下图安装：

<p><b>STEP 1</b></p>  <p>After all of the pressure is safely bled from high pressure line, unscrew Oil/Water Filter Housing by hand.</p>	<p><b>STEP 2</b></p>  <p>Remove Oil/Water Filter Housing.</p>
<p><b>STEP 4</b></p>  <p>Place new LCO<sub>2</sub> Filter Element (#8784A) into lower Oil/Water Filter Housing. Let gravity hold element in place.</p>	<p><b>STEP 3</b></p>  <p>Position LCO<sub>2</sub> Filter Element (#8784A) into center of lower Oil/Water Filter Housing.</p>
<p><b>STEP 5</b></p>  <p>Carefully lower Oil/Water Filter Housing over replacement element (#8784A).</p>	<p><b>STEP 6</b></p>  <p>Hand tighten the housing body together firmly. O-Ring seats properly. Open main tank valve and check for leaks.</p>

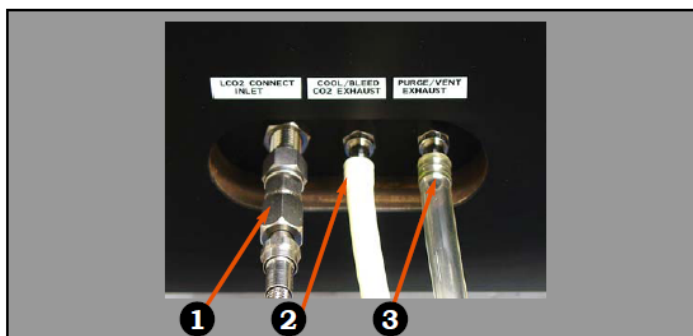


3、把高压不锈钢管接到仪器的 LCO<sub>2</sub> CONNECT INLET 接口；用两个提供的 9/16" 和 1/2" 扳手轻轻的拧紧高压不锈钢管螺母，一个扳手固定在接口，一个拧紧螺母。

4、把白色的 COOL/BLEED 白色排气管连接到仪器左边的 COOL/BLEED 排气接口；把透明的排液/气管连接到仪器左边的 PURGE/VENT 接口。



- ① LCO<sub>2</sub> Connect Inlet
- ② COOL / BLEED CO<sub>2</sub> Exhaust
- ③ PURGE / VENT Exhaust



完成各个气液管的连接

5、检查样品室、O型圈、观察窗等，确保样品室内、O型圈、样品盖等干净、无油、无水等；O型圈和O型圈的槽**不需要**涂任何油脂来润滑，保持干净和干燥就可。千万不要往样品室里倒入酸碱，否则会腐蚀仪器！



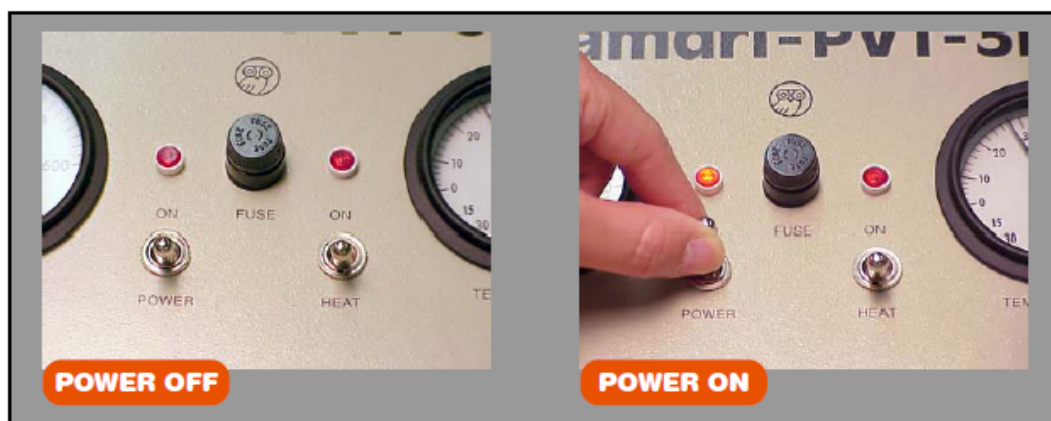
## 四、操作使用步骤



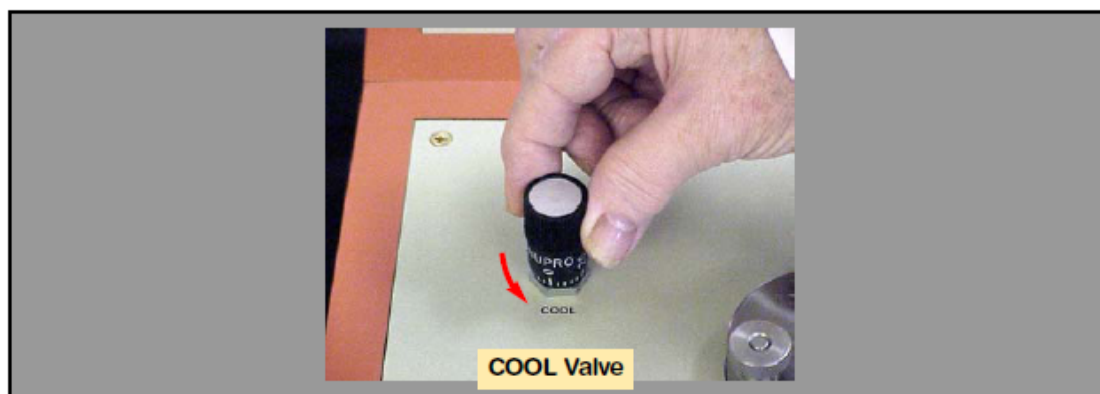
注意：仪器运行之前，最好先开机预热 3-5 分钟。

- 1、打开仪器面板上的电源开关，此时面板上的电源灯和样品室里的照明灯会亮起，提示已开机，最好预热 3 分钟后再使用；





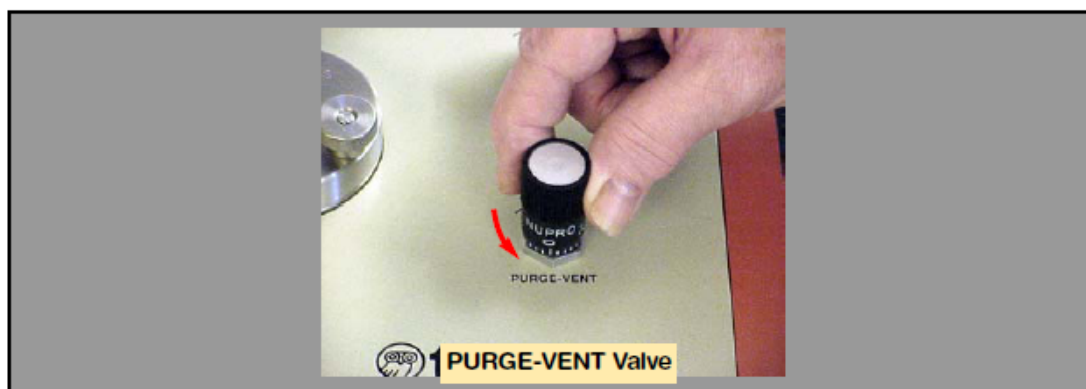
- 2、确保面板上的四个旋钮阀门 COOL, FILL, BLEED, PURGE/VENT 都处于关闭状态，然后打开液态二氧化碳钢瓶的阀门；
- 3、样品必须用至少 99.5%的纯度乙醇脱水，然后一直浸泡在乙醇中，直到准备做临界点干燥，打开样品室盖子，倒入乙醇，倒入的乙醇量淹没住样品即可，接着小心地将样品迅速转移至样品室，迅速转移是为了防止样品暴露在空气中，否则空气中的水分会进入样品；
- 4、盖上样品盖，样品盖的三个螺帽，用手拧紧即可，不要用扳手拧，不要拧得太紧，否则螺纹会打滑；
- 5、**冷却模式：**打开冷却阀门 COOL 阀门至大约 0.5 位置，此时，温度表里的温度会从室温快速地降低到 0° C，会听到有排气的声音从白色排气管出来，这是因为液态二氧化碳冷却样品室气化后排出气体，当温度降低到接近 0° C 时，关闭 COOL 阀门旋钮；



- 6、**充入模式：**慢慢打开充入阀门 FILL 阀门旋钮，此时液态二氧化碳会流入样品室，与样品室里的乙醇混合，当从石英观察窗看到一个半月形气泡流过时，表明样品室已经充满，保持 FILL 的位置在 0.5 处，此位置因样品不同，可以自行调节；比如，一些易脆的样品，可以将 FILL 旋钮先调节到 0.1 处，等到样品室压力上升到 725-800psi 后，再根据需要调节 FILL 的数值；



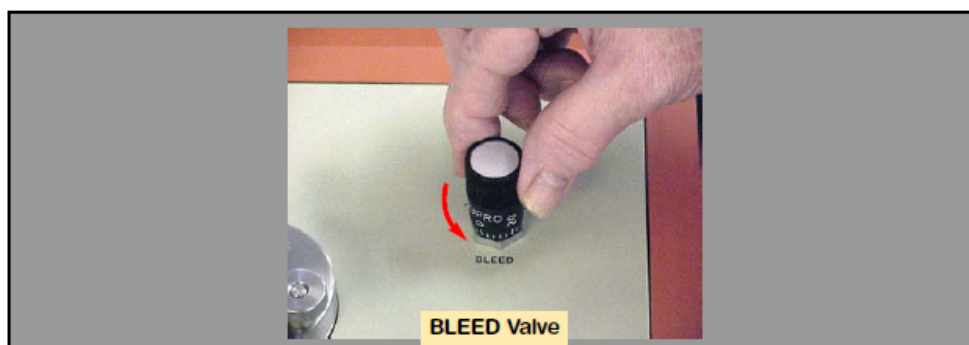
- 7、**置换模式：**保持 FILL 阀门打开，为了把样品室里的乙醇及样品内部的乙醇用液态二氧化碳完全置换掉，慢慢打开 PURGE/VENT 这个阀门旋钮，你可以看到样品里的液态从左往右流动，确保样品室里的液面始终盖住样品，请记得 FILL 阀门的数值要永远比 PURGE/VENT 阀门数值大，这样才能使得样品室里的液面始终盖住样品，可以将透明的排液气管放入废液收集瓶，收集废弃的乙醇，保持此置换模式，直到完全将样品室里的乙醇完全置换出来，检验样品室里的乙醇是否完全置换出来一个简单的方法是将一直纸放在透明放气管口距离几厘米处，收集排放出来的固体 CO<sub>2</sub>，如果纸张还是湿的，表明里面还有乙醇出来，还没置换完全；如果在置换过程中，温度上升至超过 10° C 以上，可以打开 COOL 旋钮，直到温度降低到 0° C 后再关闭 COOL 旋钮，此操作不影响置换过程；
- 8、当所有乙醇都被置换出来后，关闭 PURGE/VENT 阀门旋钮，保持 FILL 阀门打开，直到样品室再次充满液态 CO<sub>2</sub> 后再关闭 FILL 阀门



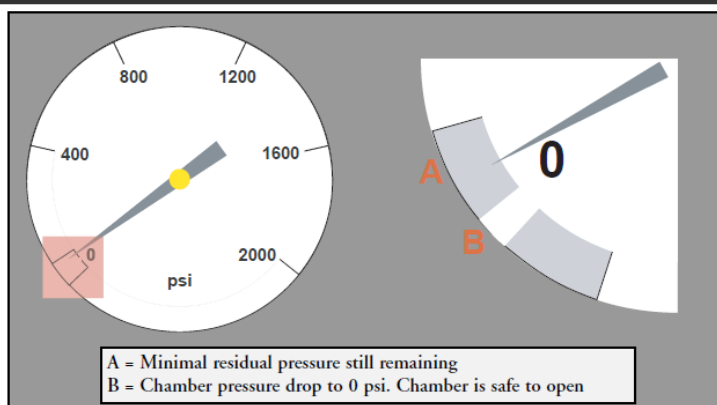
- 9、**加热模式及超临界状态平衡：**此时确保所有阀门旋钮都处于关闭状态，即数值为 0，左边的排气排液管均没有出现漏气的情况，然后打开面板上的 HEAT 加热开关，加热灯会亮起，此时，随着温度的上升，压力也会上升，在压力达到大约 1350psi 时，压力释放阀会打开，样品室压力会一直保持在临界压力以上，即 1072psi 以上，当温度超过临界温度，即 31° C 时，加热器会自动关闭，加热灯会显示关闭，温度会保持在 33-39° C 之间，有时温度也可能会出现达到 44° C，这很正常，不用关闭加热开关，仪器会自动保持温度在临界温度以上，即 31° C 以上；
- 10、此时，样品室内已经达到了超临界状态，即压力在 1072psi 和温度在 31° C 以上，仪器会自动保持此超临界点状态，为了获得更好效果，建议保持此超临界状态至少 4 分钟以上，才进行后续的排气步骤；



- 11、**排气模式:** 电源开关和加热开关都保持在打开的状态, COOL, FILL, BLEED, PURGE/VENT 四个旋钮都处于关闭状态, 然后慢慢打开 BLEED 放气旋钮, BLEED 的数值可以根据不同样品选择不同的排气速率, 建议排气速率在 8-10 SCFH 之间, 用标配的流量计量一下排气管, 排气速度太快, 会导致 CO<sub>2</sub> 凝结, 样品室里的加热器会自动处于开和关的循环状态, 保持样品室温度在 BLEED 过程中处于超临界温度以上, 当压力降到 400psi 左右时, 关闭 BLEED 旋钮;
- 12、打开 PURGE/VENT 旋钮在 0.5 处, 样品室的压力会在 3 分钟内降到 0psi, 接着用手打开样品室盖子的三个螺丝, 打开样品盖, 取出样品保存在干燥的环境, 比如像真空干燥存储箱、干燥器等, 然后接着做进一步的后续实验处理。(切记一定要等到压力降到 0psi 位置方能打开样品室盖子, 否则会很危险)



### Pressure Gauge (0 psi)



如图中, 必须达到 B 的位置方是压力达到了 0psi, 在 A 位置还会残余一点压力在腔体里

13、取出样品后，保持样品室以及 O 型圈干燥干净，然后把样品室盖子盖好回去，关闭液态二氧化碳钢瓶阀门，打开仪器面板上的四个阀门旋钮，把残留在仪器内的二氧化碳排尽后再关闭所有旋钮阀门，最后关闭仪器电源开关。打扫清洁一下仪器即完成所有临界点干燥操作！

## 五、图示说明

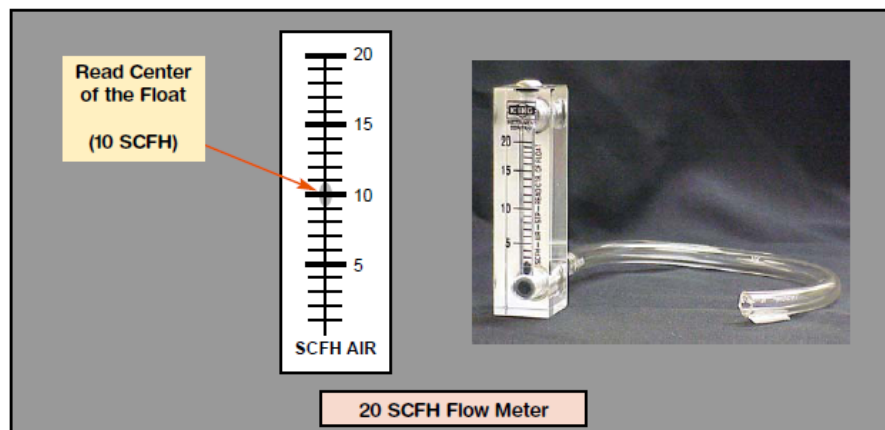
1、面板旋钮的设置和读数说明：



打开：逆时针旋转；关闭：顺时针旋转至上部读数 0 对着里面读数 0 的位置，上部刻度线对着里面的读数轴线。

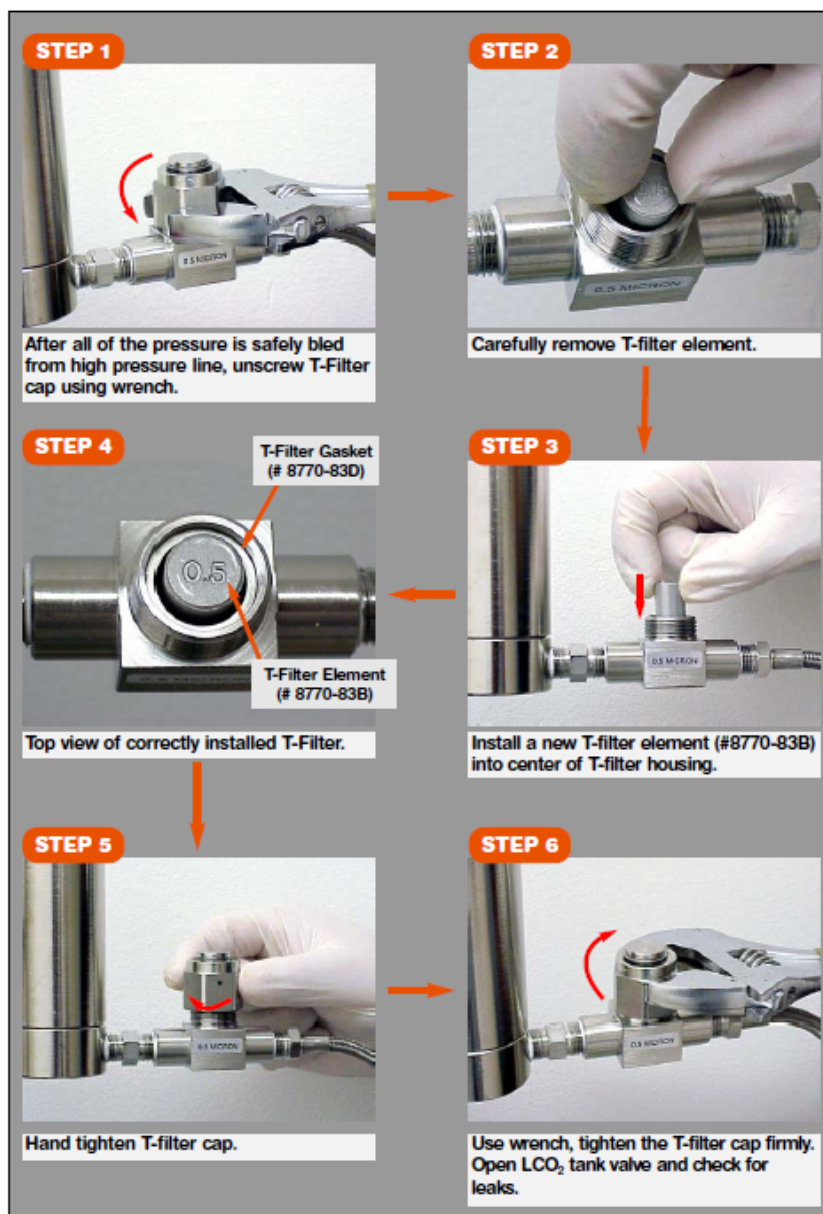
读数值：里面数值+外面数值，里面每小格为 0.25，外面每小格为 0.01，比如旋转到外部 5 的刻度线对应着里面的读数轴线，里面的读数为 3 小格至 4 小格之间，那么读数就是  $0.25*3+0.01*5=0.80$

2、气体流量计读数说明：





### 3、更换外部 T 型颗粒过滤器说明：



## 六、使用维护须知

1、请保持样品室干净和干燥；不要向样品室倒入任何酸性溶剂；只使用超纯醇类（乙醇、异丙醇、甲醇）；不要向 O 型圈涂任何的润滑剂或者油脂等；做完实验要记得把样品室盖子盖好回去，防止暴露在空气中，使得样品室潮湿，影响实验；

### 2、FAQ

1) 需要在 LCO<sub>2</sub> 钢瓶和 Samdri-PVT-3D 之间安装一个压力控制器或者减压阀吗？

答：不需要，Samdri-PVT-3D 仪器设计了 LCO<sub>2</sub> 可以直接从 LCO<sub>2</sub> 钢瓶流入仪器，不需用减压

阀来控制 LCO<sub>2</sub> 的流速或者压力。

**2) 在 BLEED 模式，样品室必须处于加热状态吗？**

答：是的，在 BLEED 和 VENT 阶段，加热开关必须处于打开状态，这样样品室的温度才能保持在 31° C 以上的以及保持样品室干燥。

**3) 可以使用低纯度的乙醇或者酸吗？**

答：绝对不可以，只能使用超纯醇类，比如超纯乙醇、超纯异丙醇，绝对不可以使用任何酸碱！

**4) 我可以用高压钢瓶，或者氦气那样的高压气体吗？**

答：绝对不可以用高压钢瓶和高压气体，LCO<sub>2</sub> 钢瓶的正常压力在 750-900 psi，使用过高压力的气体或者钢瓶会损坏仪器和造成仪器操作失败。

**5) 液态二氧化碳 LCO<sub>2</sub> 钢瓶必须装有虹吸管吗？**

答：是的，必须装有虹吸管，这样钢瓶里的液态二氧化碳才能流进样品室，否则流进的是气体的话，仪器无法操作。

**6) 什么时候更换 LCO<sub>2</sub> 钢瓶？**

答：当使用了 50% 的 LCO<sub>2</sub> 时，需要更换新的 LCO<sub>2</sub> 钢瓶；建议将 LCO<sub>2</sub> 钢瓶放在电子秤上，随时监测 LCO<sub>2</sub> 的使用量，同时建议实验室放几个备用的充满的 LCO<sub>2</sub> 钢瓶，以防仪器使用过程中 LCO<sub>2</sub> 用完。

**7) 为什么只能使用钢瓶里的 50% 的 LCO<sub>2</sub>？**

答：原因两个：第一、随着 LCO<sub>2</sub> 液面的下降，空出来的空间会使部分液态 CO<sub>2</sub> 变成气态 CO<sub>2</sub>；第二、钢瓶里的虹吸管不能完全达到钢瓶的底部，所以不能吸到全部的 LCO<sub>2</sub>。

**8) 怎么样检测 BLEED 过程中排气速率是否合适，是需要很慢的排气速率吗？**

答：可以采用标配的流量计接着 BLEED 排气管测试，将 BLEED 排气管接近流量计后，流量计垂直放置，读数在 8-10 SCFH 即可，这个排气速率压力的下降速率会在 100-150 psi/min；当然可以根据不同样品需要，自行调节排气速率也可以。

**9) FILL 和 PURGE 的平均时间是多少？**

答：PVT-3D 的充入时间一般不超过 2 分钟，PURGE 时间不定，取决于倒入的乙醇量多少，一般倒入 10-15ml 乙醇，PURGE 时间大约 10 分钟。

**10) 有防止过压保护措施吗？**

答：内部有一个防过压破裂片，当压力快要达到 2000psi 时，此破裂片会打开，排出压力，防止过压。



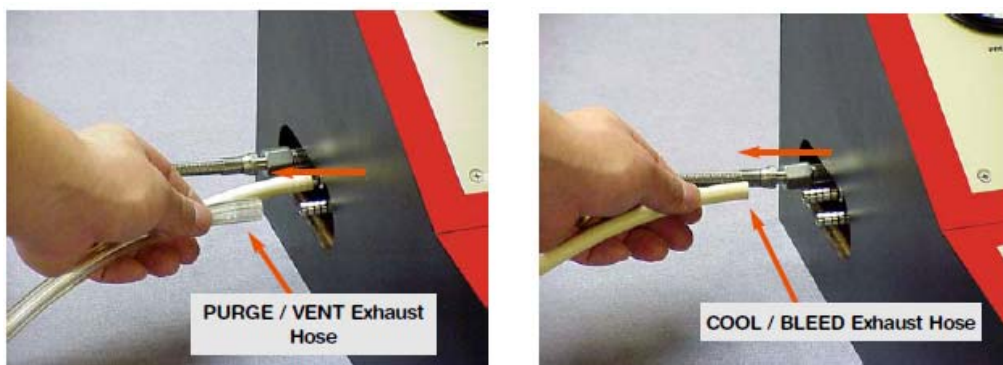
## 附录一

### 更换样品室照明灯

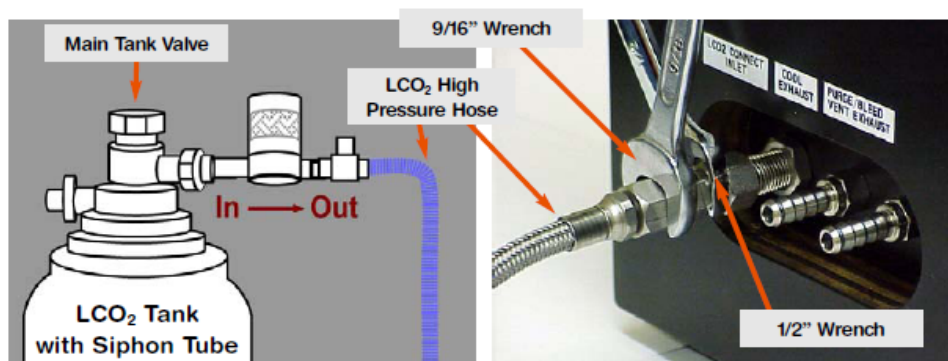
- 1、关闭电源开关，拔出电源线



- 2、拔掉透明 PURGE/VENT 排液管和白色 COOL/BLEED 排气管



- 3、关闭液态二氧化碳钢瓶的阀门，然后用 9/16" 和 1/2" 扳手将高压不锈钢管旋开，断开连接；



- 4、轻轻的抬起仪器，用螺丝到将背部的纤维板打开，请记得纤维板的安装方向，这样安装回去时方向不会搞错；



5、找到照明灯，并取出照明灯；



6、将新的照明灯更换上去，记得用手托住照明灯底座，否则会弄断。



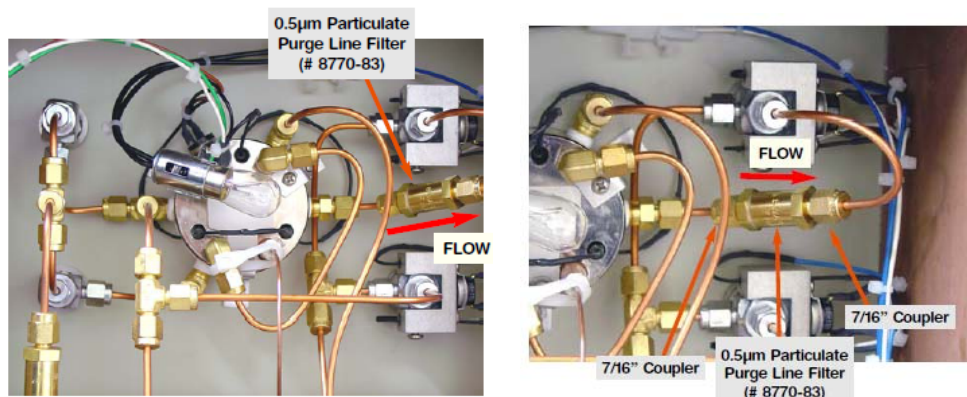
7、将底部纤维板安装回去。



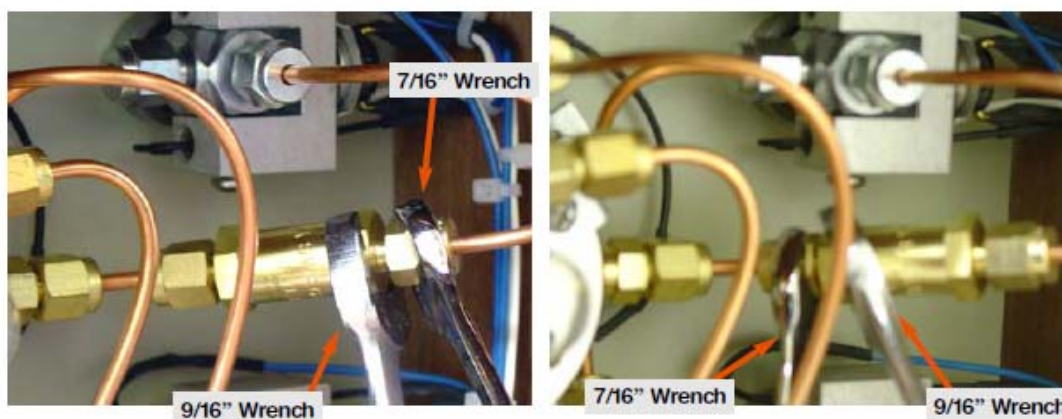


## 更换 PURGE 线路的内部 0.5um 过滤器

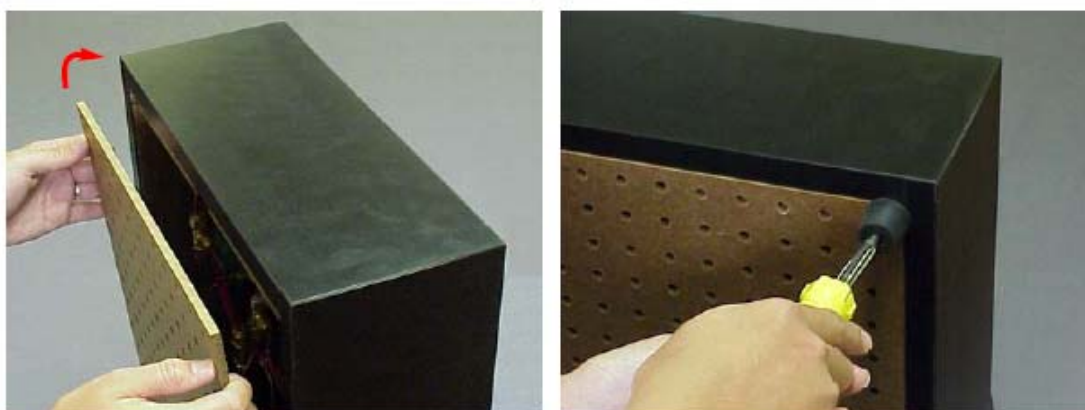
1、打开底部纤维板，找到内部 0.5um 颗粒过滤器，主要过滤的安装方向



2、用 9/16"和 7/16"扳手拧开过滤器，然后进行更换；



3、更换好后，重新安装底部纤维板；



3、更换新的过滤器，并注意确保里面的金属垫圈在正确的位置；

4、更换好后，把螺帽拧好回去，注意不要拧得太高，轻轻拧好即可。