

Микрореакторы для быстрого скрининга катализаторов

Быстрый скрининг активности катализатора

Работа с образцами любого типа

Широкий выбор режимов проведения эксперимента

**Тандемный микрореактор
Rx-3050TR**



**Одностадийный микрореактор
Rx-3050SR**



Краткое описание технологии

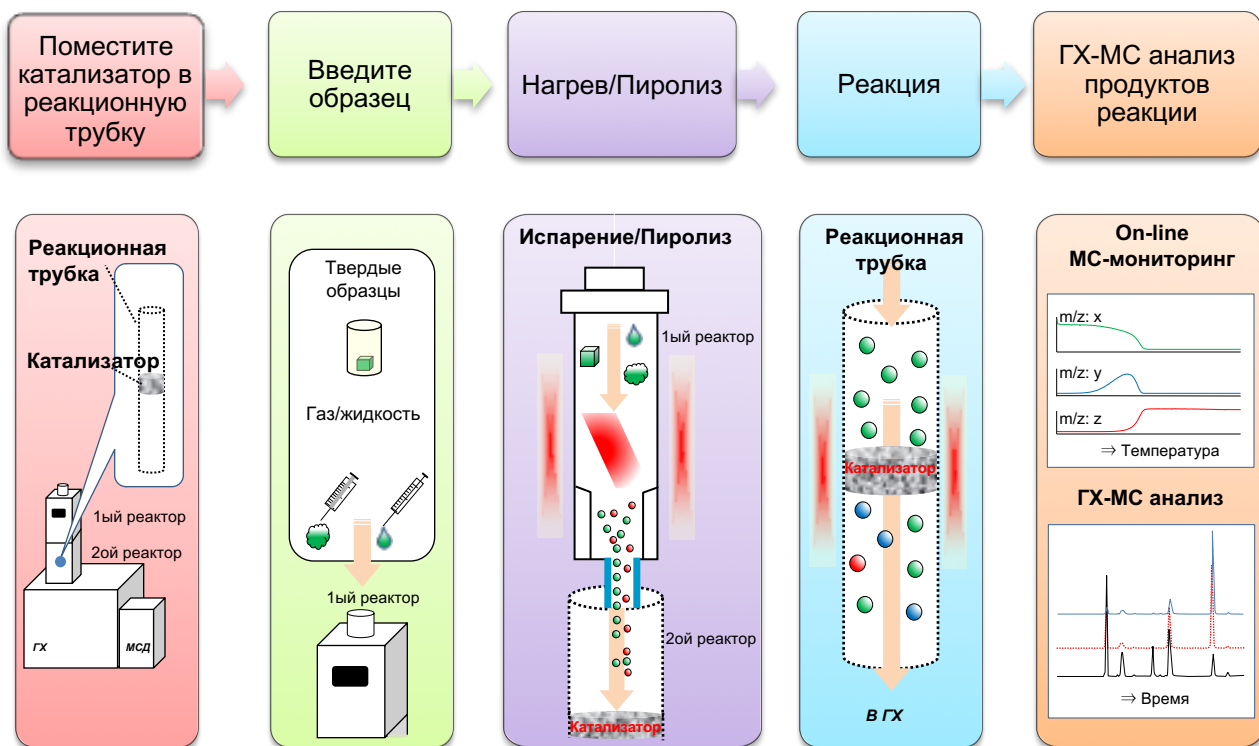
Микрореакторы были специально разработаны для экспресс-скрининга свойств катализаторов. Они легко монтируются на любую систему для ГХ-МС для оценки конверсии исходного сырья в конечный продукт в режиме реального времени. Уникальной особенностью таких реакторов является возможность быстрой смены катализатора, полный контроль за ходом процесса химического превращения и мониторинга всех ключевых параметров реакции.

В качестве опций, расширяющих возможности измерительного комплекса на базе микро-реактора и ГХ-МС, доступны криоловушка MicroJet и селективный сэмплер SS-1010E, с помощью которых можно разбить эксперимент на несколько (до 8) температурных зон для последующего детального анализа продуктов реакции на ГХ-МС. Газовый модуль обеспечивает подачу до 3-х реакционных газов и позволяет работать при повышенном давлении (до 500 psi).

Масс-спектрометр для детектирования продуктов реакции

Тандемный реактор состоит из двух реакторов, температура которых контролируется индивидуально. Верхний реактор предназначен для нагрева или пиролиза образца, в нижнем реакторе располагается реакционная кварцевая трубка, заполненная исследуемым катализатором. В качестве исходного образца может быть газовая смесь, жидкость или твердый объект. Температура каждого из реакторов может быть постоянной или меняться по независимой программе.

Смесь продуктов пиролиза образца или его пары, переносится газом-носителем в реакционную трубку с катализатором где осуществляется их химическое превращение. Затем образовавшиеся продукты реакции потоком газа-носителя переносятся в ГХ-МС. Масс-спектрометр позволяет идентифицировать продукты реакции и оценить их концентрацию. Оператор может регистрировать сигнал детектора по определенным значениям m/z либо использовать возможности ГХ для разделения продуктов реакции на индивидуальные соединения.



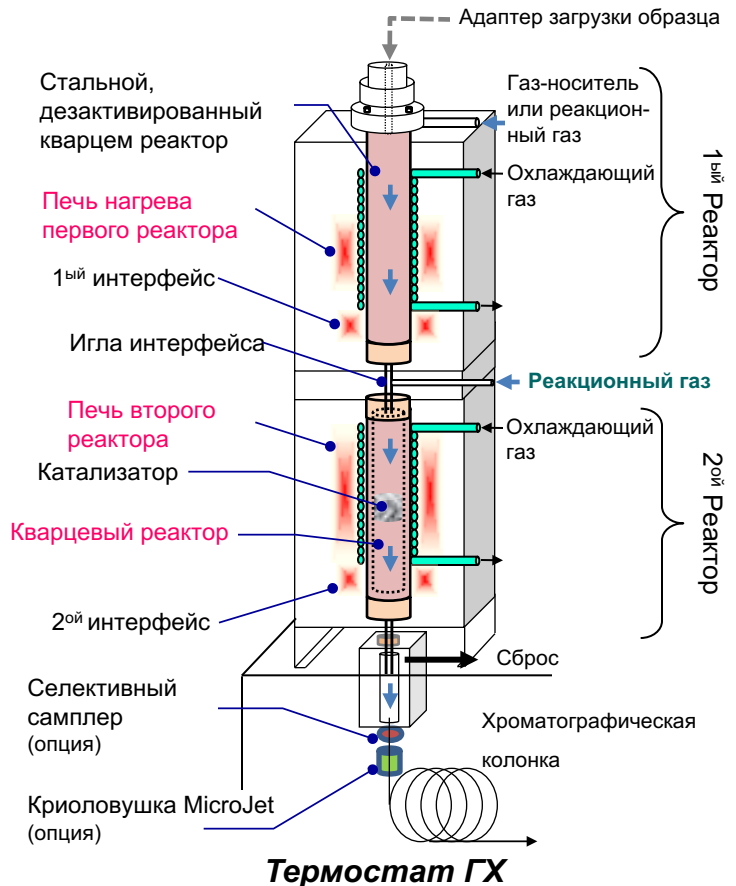
Принцип работы микрореактора

1. Внутренний дизайн

Тандемный микрореактор

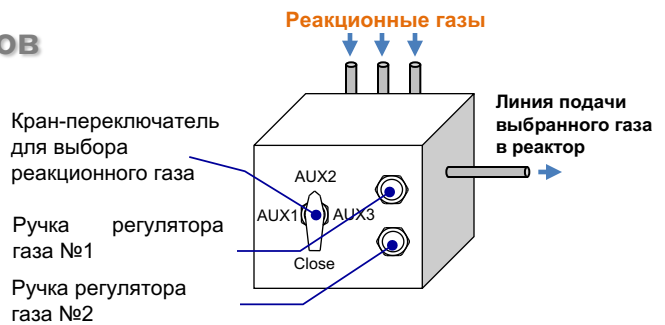
Тандемный микрореактор состоит из двух реакторов, соединенных последовательно. Первый (верхний) реактор используется для нагрева (газообразный образец), испарения (жидкий образец) или пиролиза (твердый образец). Обычно первый реактор работает при постоянной температуре и после нагрева образец посредством газа-носителя переносится во второй реактор, где, после смешения с реакционным газом, смесь контактирует с исследуемым катализатором. Температуру катализатора можно программировать в разных режимах – изотермическом, с линейной или ступенчатой программой нагрева. Конструкция реактора подразумевает быструю смену кварцевой трубки с помещенным внутри катализатором. Эта ключевая особенность позволяет проанализировать большое количество модификаций катализатора без остановки работы реактора.

Все параметры реакторов, а также дополнительных устройств, таких как, например, криолушка MicroJet или селективный сэмплер можно задавать через программное обеспечение. Там же отображаются актуальные значения этих параметров для контроля за работой реактора.



Контроллер реакционных газов

В реактор посредством контроллера можно подать до трех реакционных газов. Поток каждого из этих газов можно контролировать отдельно с помощью регулятора массового расхода. Для выбора необходимого газа используется кран-переключатель и ручка регулятора расхода (ручка регулятора газа №2 находится на задней панели контроллера.)

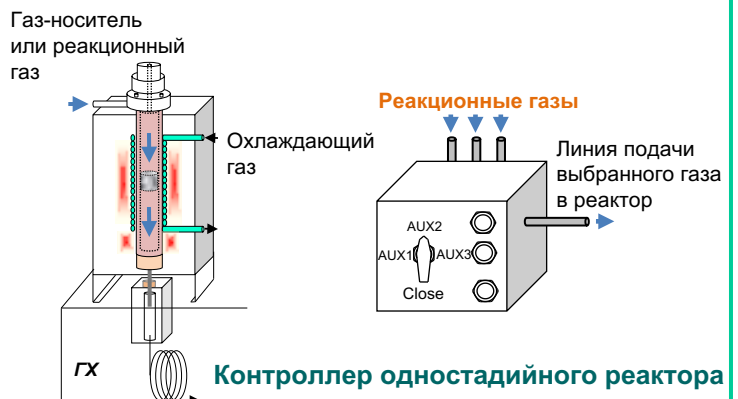


Контроллер тандемного микрореактора

Одностадийный реактор

Система контроля потоков газов для одностадийного реактора идентична. Контроллер имеет три регулятора газов и кран выбора реакционного газа, направляемого в реактор с катализатором.

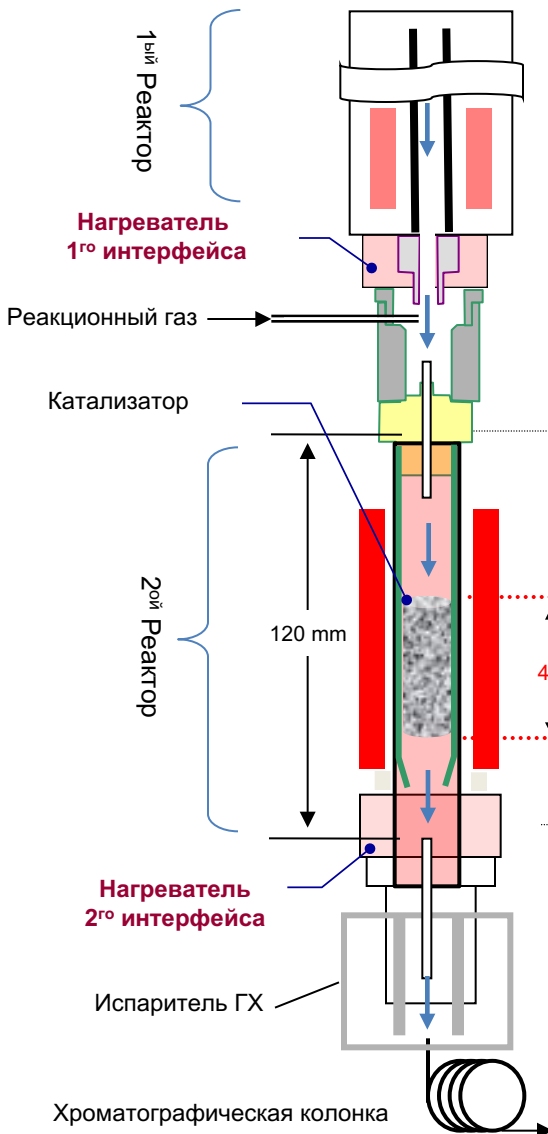
Режимы нагрева реактора с катализатором аналогичны режимам задаваемым на тандемном реакторе, однако в качестве образцов могут быть использованы только газообразные или жидкие пробы, поскольку отсутствует система предварительного пиролиза твердых образцов.



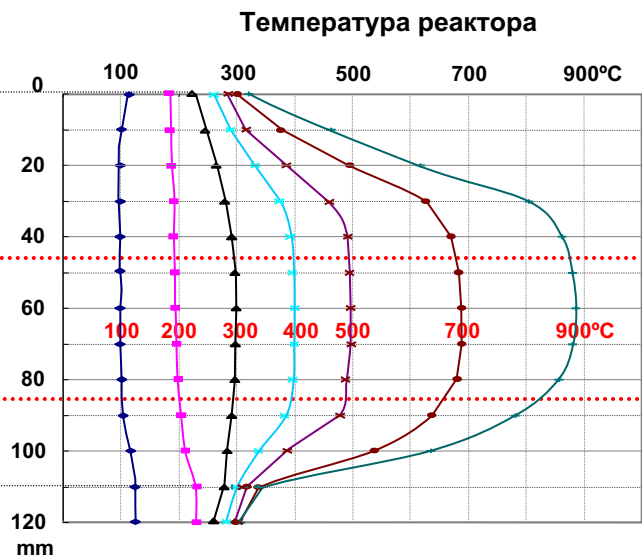
Контроллер одностадийного реактора

Особенности конструкции микрореактора

2. Высокая точность поддержания температуры и минимальные отклонения от заданных значений



На рисунке показан профиль изменения температуры вдоль реактора в диапазоне от 100 до 900°C. Максимальный перепад температуры по высоте слоя катализатора (центральный участок реактора длиной 40 мм) составляет всего 3°C от заданного значения (400°C). При необходимости температура реактора может быть легко откалибрована с использованием внешнего сенсора, помещенного непосредственно в центр реактора.



Точность поддержания заданной температуры

100°C	250°C	400°C	
			↕ 0.5°C

3. Быстрый нагрев и охлаждение

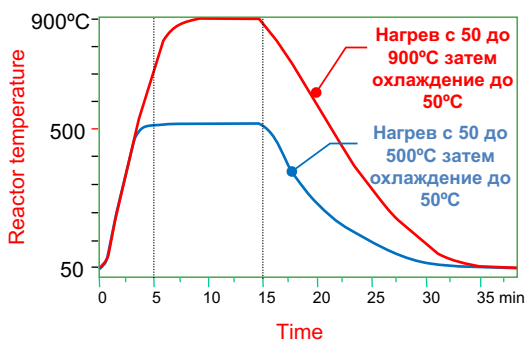


Рисунок справа демонстрирует скорость нагрева и охлаждения катализатора в реакторе. Голубая кривая отражает профиль нагрева и охлаждения реактора с максимальной температурой эксперимента 500°C, а красная - 900°C. В каждом эксперименте перед стадией охлаждения устанавливалась 10 минутная изотерма. Обратите внимание, что время за которое реактор остывает с 900°C до 500°C составляет всего 5 минут. Время же требуемое для достижения 50°C составляет около 15-20 минут в зависимости от максимальной температуры. Такие характеристики позволяют быстро менять условия испытания катализатора или сам катализатор, не требуют длительного ожидания при выходе реактора на рабочий режим.

Особенности конструкции микрореактора

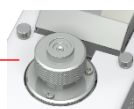
4. Смена катализатора в реакторе

Быстрая смена реакционной трубки в реакторе

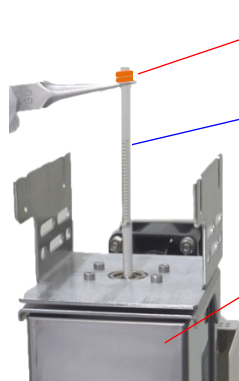
При смене катализатора необходимо снять верхнюю часть реактора, чтобы получить доступ к кварцевой трубке. Процедура смены проста, занимает несколько минут и позволяет выполнить ее прямо «на ходу», без остановки работы реактора.

При работе с одностадийным реактором для смены катализатора достаточно только снять накидную гайку с сеткой порта ввода жидких проб.

Порт ввода жидких проб



Тандемный реактор



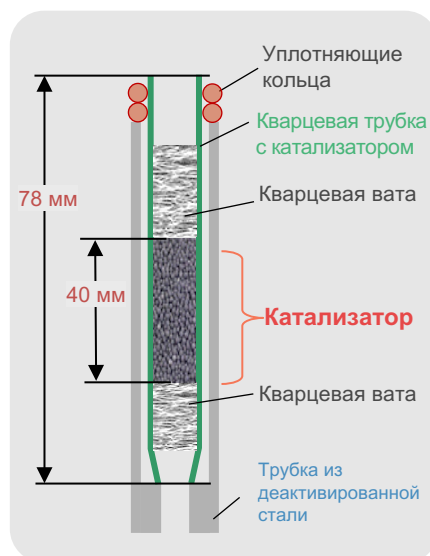
Одностадийный реактор



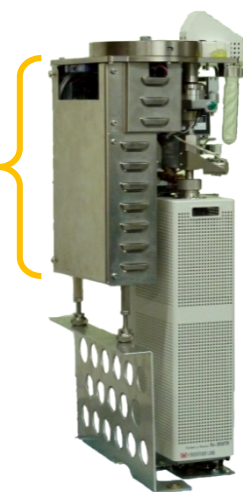
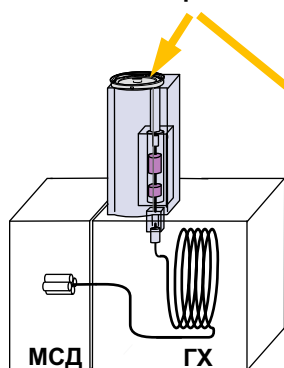
Набивка кварцевой трубки катализатором

Катализатор помещается в кварцевую трубку с внешним диаметром 4 мм и внутренним 3 мм. Чтобы катализатор находился на нужном уровне его фиксируют снизу и сверху слоем кварцевой ваты. На рисунке справа изображена схема набивки реакционной кварцевой трубки исследуемым катализатором.

Обычно для эксперимента используют 40 мм слой катализатора с размером частиц 20-60 меш. Однако, если требуется больший объем катализатора, им также можно заполнить и реакционную трубку из деактивированной стали, которая имеет больший диаметр чем кварцевая.



Автосамплер Auto-Shot



Тандемный микрореактор

Подачу твердых образцов в реактор можно автоматизировать с помощью автосамплера Auto-Shot. На центральной картинке показана схема монтажа автосамплера на тандемном реакторе.

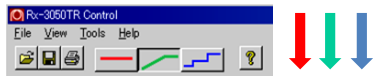
Автосамплер Auto-Shot имеет карусель на 48 тиглей для образцов. После каждого эксперимента тигель автоматически выносится из реактора в специальный стеклянный резервуар с индикацией наполняемости (крайний правый рисунок).

Программное обеспечение

Установка условий эксперимента

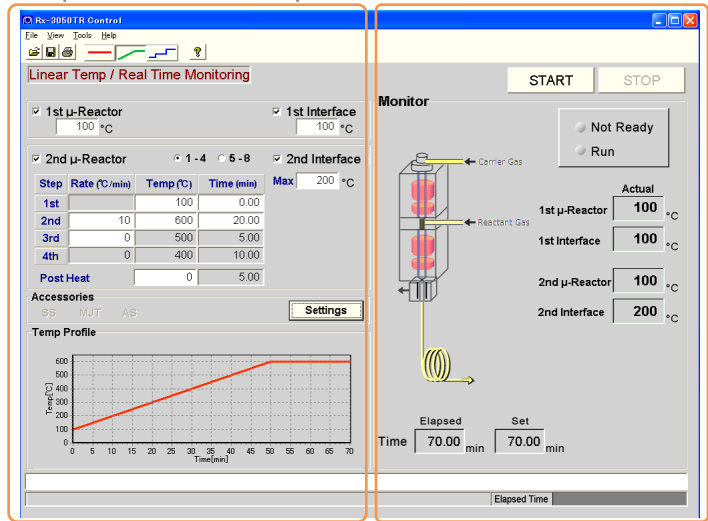
Левая часть окна управляющего ПО используется для установки температуры реакторов или температурной программы, а также здесь можно выбрать установленные опции (криоловушка MicroJet и/или селективный сэмплер) и задать параметры их работы. Правая сторона окна отображает текущие значения параметров.

С помощью графических цветных иконок в верхнем меню ПО можно выбрать подходящий режим измерения температуры реактора - линейный, ступенчатый или постоянная температура.



Область выбора параметров эксперимента

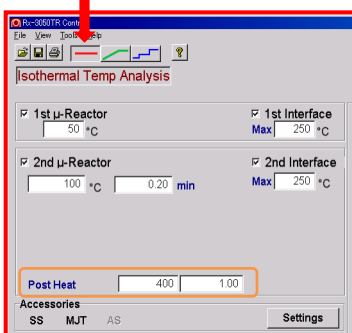
Область контроля текущих значений



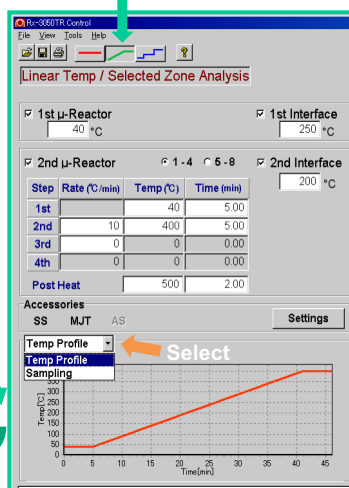
Три метода анализа

Оба реактора могут работать в трех режимах, которые отличаются способом контроля температуры. Изотермический режим 1 имеет функцию "Post Heat" для термической десорбции продуктов реакции из микропор катализатора. В режимах 2 и 3 температура реактора изменяется в соответствии с программой, линейно или ступенчато, с возможностью создания до 8 температурных зон.

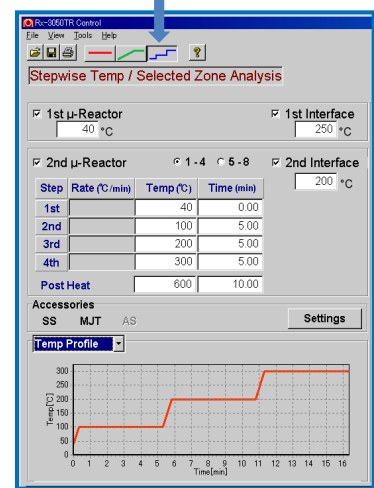
1. Изотермический режим



2. Линейный нагрев



3. Ступенчатый нагрев

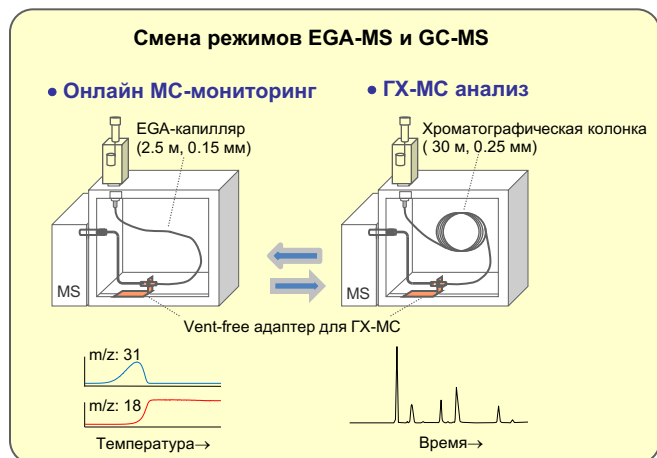


Zone	Initial (min)	Final (min)	Initial (°C)	Final (°C)	Sampling	Cryo-Trap
A	3.00	3.50	40	40	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
B	5.00	5.20	40	42	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
C	10.00	11.00	90	100	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
D	15.00	16.00	140	150	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Ставя значок «v» напротив "Sampling" и "Cryo-Trap" мы указываем, что продукты, образовавшие на этом этапе эксперимента будут проанализированы на Вашем ГХ-МС.

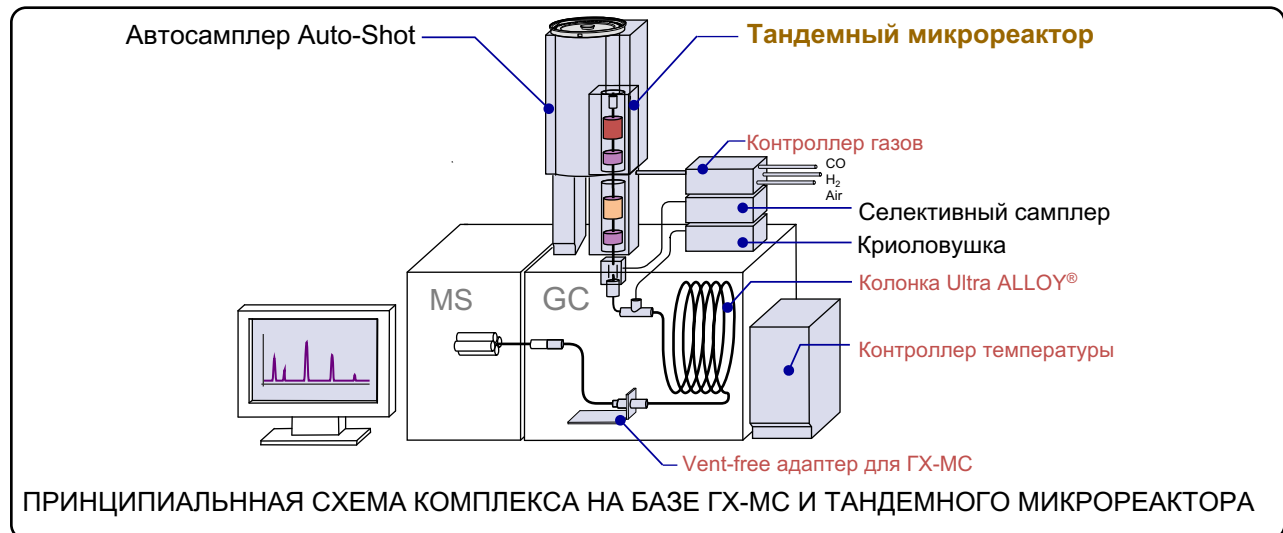
Переключение режима на ГХ-МС

Для того чтобы сменить режим анализа продуктов каталитического превращения с онлайн мониторинга на детальный анализ с разделением, необходимо сменить EGA-капилляр на хроматографическую колонку. Это не сложная процедура, но если мы используем в качестве детектора МСД, нам потребуется вентилировать детектор и после смены капилляра на колонку снова откачивать детектор. Это отнимает драгоценное время. Чтобы избежать ненужные манипуляции мы используем специальный Vent-free адаптер для ГХ-МС. С этим устройством смена режимов анализа занимает всего 10 минут.



Спецификация

		Тандемный микрореактор Rx-3050TR	Одностадийный микрореактор Rx-3050SR
1ый Реактор			
Диапазон рабочих температур		от 40 до 900°C с шагом в 1°C	-
Нагреватель		Цилиндрический керамический (400 Вт)	-
Материал		Нержавеющая сталь (поверхность деактивирована пленкой из кварца)	Так же как и в левой части спецификации
Диапазон рабочих температур интерфейса		от 40 до 400°C с шагом в 1°C	-
Контроль реакционных газов		До трех газов. Максимальный расход - до 200 мл/мин, давление - до 1 МПа (опционально до 3.5 МПа)	Так же как и в левой части спецификации
2ой Реактор			
Диапазон рабочих температур		от 40 до 800°C с шагом в 1°C	Так же как и в левой части спецификации
Нагреватель		Патронного типа	Так же как и в левой части спецификации
Материал трубки с катализатором		Кварцевая трубка (внутренний диаметр - 3 мм, внешний - 4 мм, длина - 78 мм)	Так же как и в левой части спецификации
Диапазон рабочих температур интерфейса		от 40 до 400°C с шагом в 1°C	Так же как и в левой части спецификации
Управляющее ПО			
Требования к ПК		Один USB порт и CD-привод, ОС Microsoft Windows 8.1, 8, 7, Vista, или XP	Так же как и в левой части спецификации
Другие			
Режимы работы	Температура	Изотермический, Линейный или ступенчатый нагрев и охлаждение	Так же как и в левой части спецификации
	Отбор пробы для анализа	Онлайн EGA-мониторинг, Селективный выбор любой температурной зоны (до 8 за эксперимент) с возможностью криофокусировки продуктов	Так же как и в левой части спецификации
Требования к установке		1. ГХ-МС с инжектором типа Split/Splitless (уточняйте у представителя моделей совместимых с микрореактором) 2. Сжатый воздух или азот для охлаждения	Так же как и в левой части спецификации
Электропитание		100 – 120 В или 200 – 240 В, 50/60 Гц, 800 Вт	100 – 120 В или 200 – 240 В, 50/60 Гц, 400 Вт
Габариты (Ш x Д x В) / Вес (кг)		1ый Реактор 76 x 125 x 260 мм / 1.6 кг 2nd Реактор 76 x 125 x 90 мм / 1.7 кг Контроллер температуры 120 x 310 x 310 мм / 4.0 кг Контроллер газов 160 x 150 x 280 мм / 6.1 кг	- 76 x 125 x 260 мм / 1.6 кг 120 x 310 x 310 мм / 4.0 кг 160 x 150 x 280 мм / 6.1 кг
Комплектация		Микрореактор, Vent-free адаптер для ГХ-МС, Набор для EGA-анализа, Колонка серии Ultra ALLOY® Контроллер газов, Контроллер температуры, Набор для инсталляции, включая кварцевую трубку.	



FRONTIER LABORATORIES LTD.

4-16-20 Saikon, Koriyama, Japan, 963-8862
TEL: 81(24) 935-5100 FAX: 81(24) 935-5102
www.frontier-lab.com, www.frontier-lab.ru