

快速催化剂筛选系统

快速评价催化剂

分析各种类型的样品

多种模式操作

**串联微反应器
Rx-3050TR**



**单炉式微反应器
Rx-3050SR**



概述

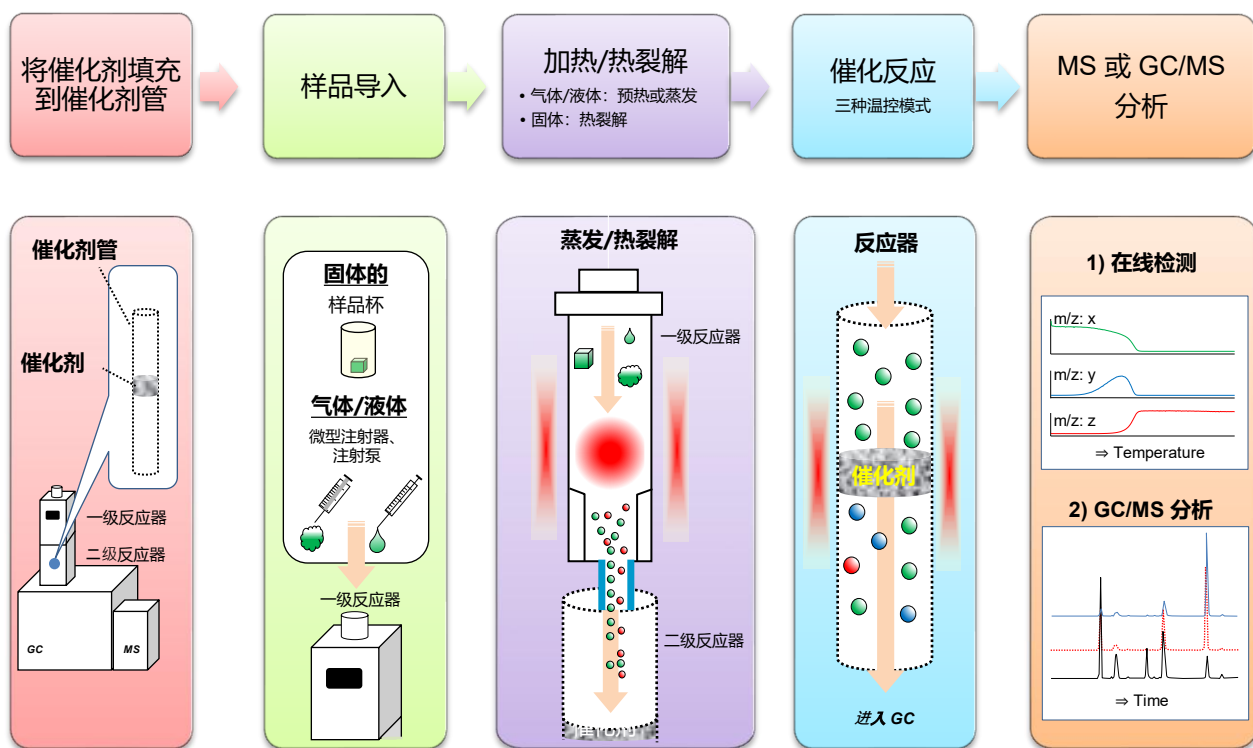
我们开发了两种类型微炉式快速反应器（串联微反应器Rx-3050TR和单炉式微反应器Rx-3050SR），用于快速评价催化剂。这两种微炉式快速催化剂筛选系统可以很方便地连接到气相色谱质谱联用仪(GC/MS)上，可以实时检测气态分子经过催化剂后产生的化学物质。在测试前，催化剂填充到可快速更换的催化剂管中。

通过选择性进样器和微喷式冷阱这两个配件，可使形成的气体切分为8个温度段，自动进行分析。两种反应器都设计为可快速加热和冷却，从而增加了相同时间内可表征的催化剂数量。都可连接三种不同的反应气体，以便可以在各种反应条件下评估每种催化剂。

使用质谱仪 (MS) 作为检测器进行催化剂的快速评估

在串联式微反应器中，上下两个反应器独立控温。上面的反应器（一级反应器）用于预加热气体、蒸发液体或热分解固体有机物形成气体。装有催化剂的催化剂管放在下面的反应器（二级反应器）。

从样品加热或热裂解释放出来的挥发物通过载气带入到装有催化剂管的二级反应器，与催化剂发生反应。然后生成的产物进入到GC进行分析。催化剂通过质谱检测生成的化合物及其相关分布进行评价。



催化剂快速筛选系统

快速催化剂筛选反应器的特点

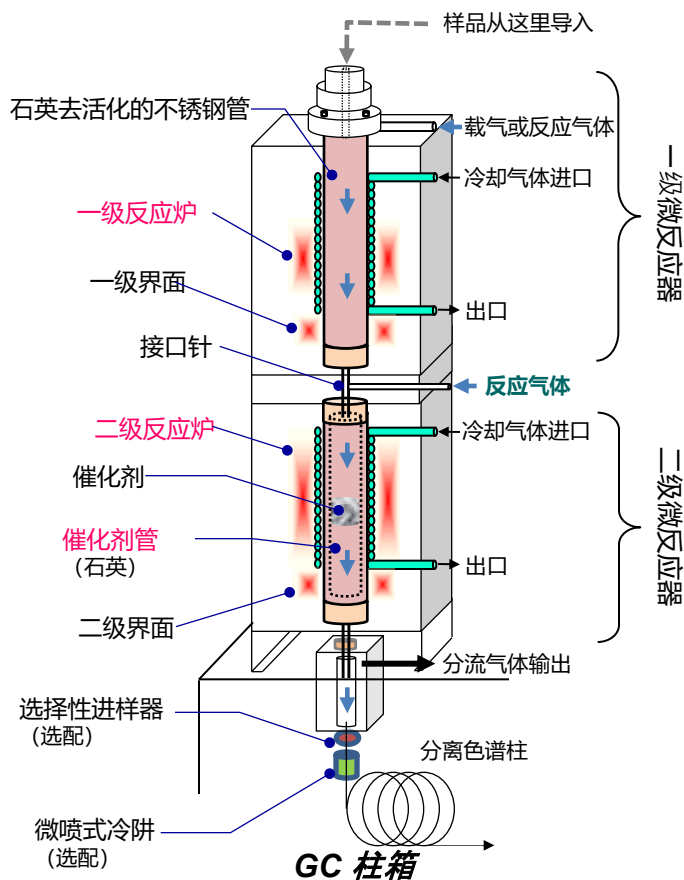
1.反应器的内部结构设计

串联微反应器

串联微反应器由两个串联的反应器组成。一级反应器用于预热气体样品、蒸发液体样品或热解固体样品。一级反应器在恒温下操作。一级反应器产生的挥发物进入到二级反应器。专业设计的温度控制器控制反应器的加热和降温。切换阀和流量控制器可使三种反应的气体中的一种在测量过程中被引入。

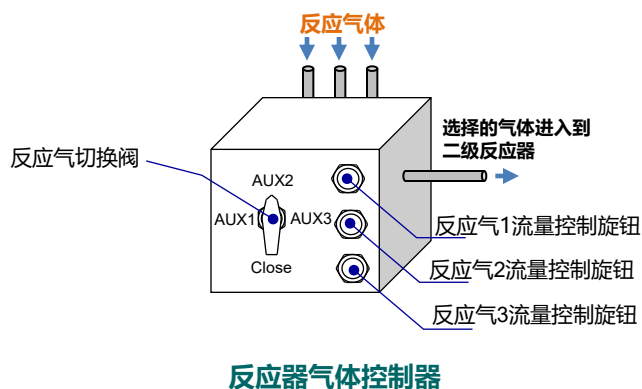
二级反应器有快速更换的催化剂管。反应器可通过不同的模式编辑升温程序如恒温，线性或步级升温程序。

反应器温度、接口（ITF）温度、时间和其他相关附件的参数设置，通过电脑的操作软件进行。方法设置的参数和实时的温度和时间都可同时显示。



反应气体流量控制

三种不同的气体可连接到反应气控制器。气体的流速可通过独立的质量流量控制器控制。反应气切换阀用于选择进入反应器的的气体。（注：反应气3的流量控制器旋钮位于一级反应控制器的后面。）

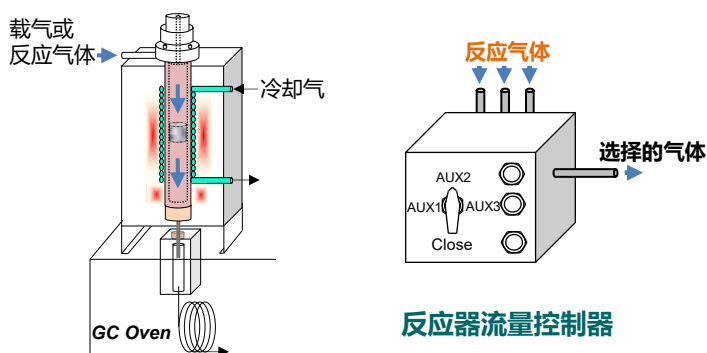


单炉式微反应器

单炉式微反应器的流量控制系统和串联微反应器一样。控制器由三个调节气体流量旋钮和流路选择阀门。

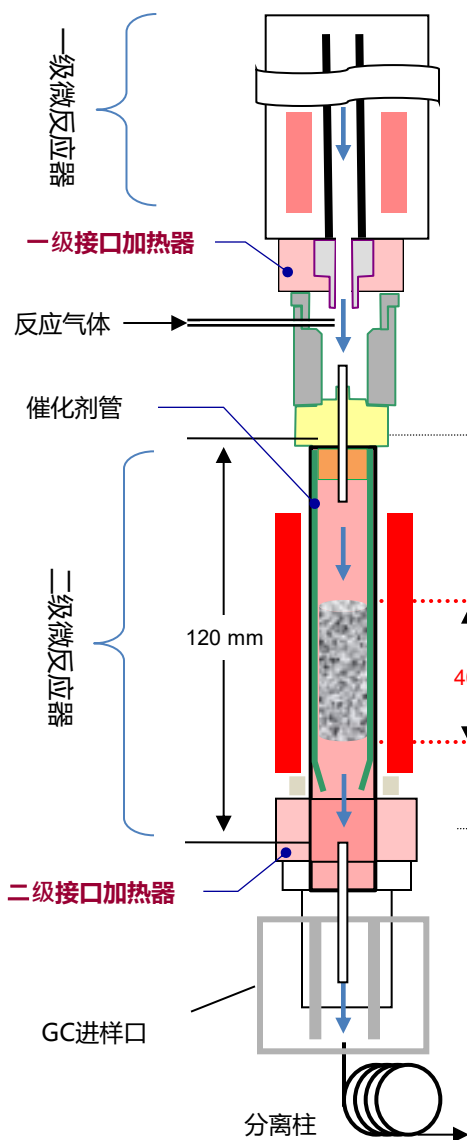
单炉微反应器的加热和分析模式也和串联微反应器一样。恒温，线性及步级温度程序都可通过软件设置。

只有液体和气体可导入到单炉式微反应器。固体不能用单炉式微反应器进行分析。

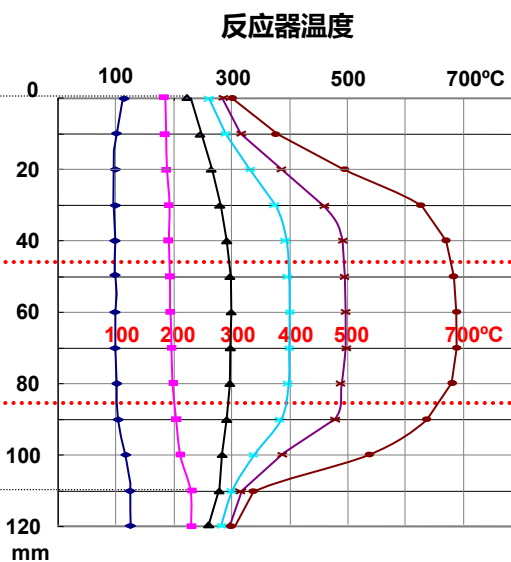


快速催化剂筛选反应器的特点

2. 高精度的温度控制，极低的温度波动

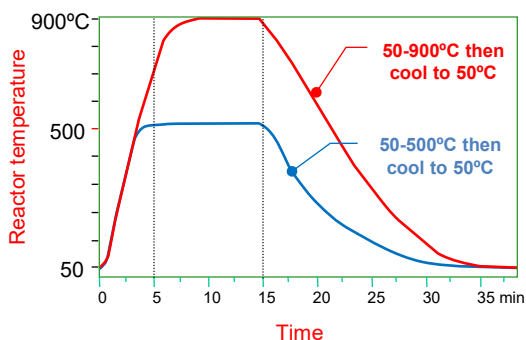


二级反应器的催化管在100 到 700 °C的纵向温度分布及其控温状态 如下图所示。在40mm长的催化剂床内温度变化为 ± 0.1 °C，400 °C时最大温度偏差为3 °C。反应器温度可用外部的温度探头插入到反应器中心可轻松进行校正。



精确控制温度			
100°C	250°C	400°C	
			$\pm 0.5^\circ\text{C}$

3. 快速加热和降温



左侧显示的温度曲线是通过将反应器从 50 °C 快速加热到 500 °C (蓝色线) 以及从 50 °C 到 900 °C (红色线) 获得的。在最终温度下保持10分钟后，将炉子冷却。请注意，从 900 °C 冷却到 500 °C 大约需要 5 分钟。冷却至 50 °C 所需的时间约为 15-20 分钟，具体取决于反应器设置为 500 °C 还是 900 °C。这种快速加热和冷却功能使得在评估每种催化剂后催化剂管的更换变得简单、快速和容易。

快速催化剂筛选反应器的特点

4. 更换催化剂管

快速更换催化剂管

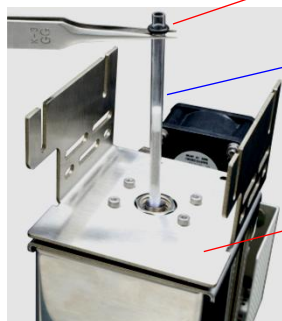
对于串联微反应器，移除一级反应器。然后可以通过将催化剂管从反应器顶部提起来轻松更换催化剂管（位于二级反应器中）。

使用单炉式微反应器时，只需拧下液体进样器，然后按照最右图所示抬起催化剂管。

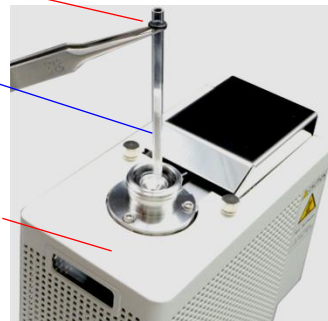
液体进样器
(注射器注射)



串联微反应器



单炉式微反应器



O 型圈

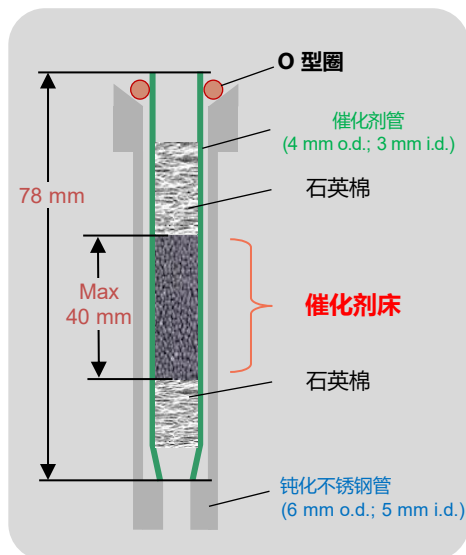
催化剂管
(石英)

微反应器

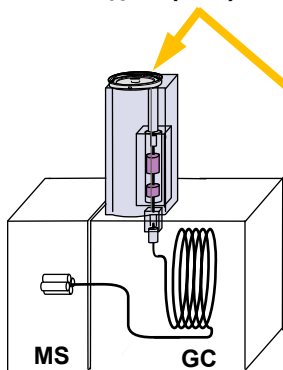
填充催化剂管

催化剂管(4 mm o.d.; 3 mm i.d.)用催化剂填充。少量石英棉放置在催化剂床的底部和顶部以使其催化剂固定在适当的位置。右图为填充催化剂管插入去活化的不锈钢管中。

催化剂床有效垂直长度为40 mm。使用粒径20至60目的催化剂。通常都使用催化剂管，但如果需要更大体积的催化剂，也可以用去活化的不锈钢管进行填充。



自动进样器 (选配)



串联微反应器

固体样品的分析可以用自动进样器进样。左图显示自动进样器安装在串联微反应器上（热保护外壳盖已拆下）。

自动进样器转盘可容纳多达 48 个样品杯 (Eco-Cup 杯)。分析后，样品杯被反吹到玻璃收集器中（由白色箭头指示）。

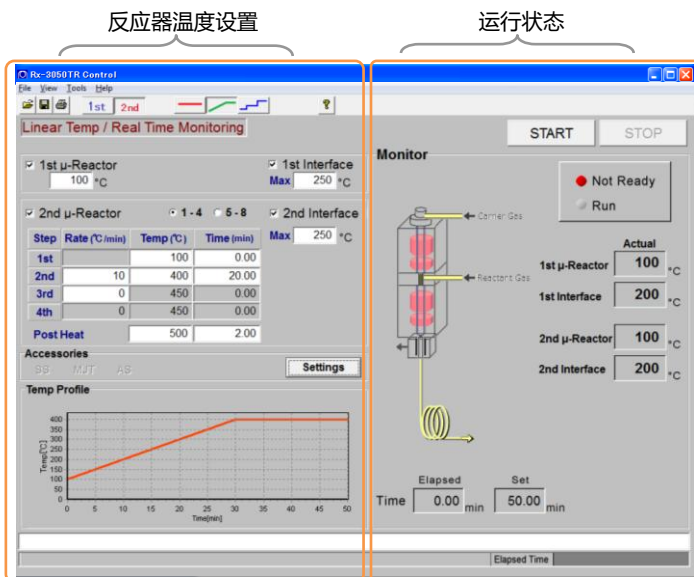
控制软件

设置分析条件

左边的控制软件界面用于设置反应器，接口和其他附件如微喷式冷阱(MJT)和选择性进样器(SS)的温度，升温速率和时间。

控制软件右边的界面用于显示运行状态如设置的温度点，经过的时间和实际的实时温度。

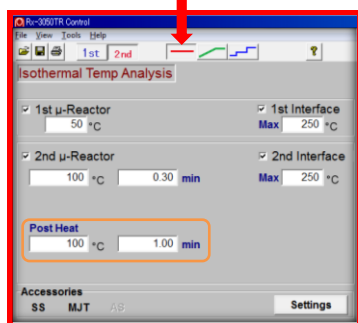
请注意界面顶部彩页的图形化图标。点击这些按钮即可切换三种温度分析模式界面。



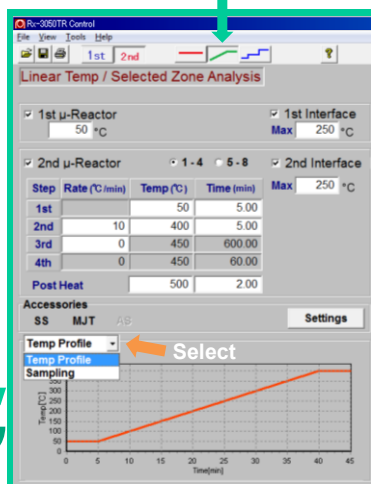
三种分析模式

串联和单炉式反应器可用于三种不同模式进行分析。这些模式的区别在于反应器温度的控制方式。恒温模式1具有“后加热”功能，用于热脱附催化剂微孔中的各种反应产物。在模式2和模式3中，炉温可以线性程序升温或逐级升温，最高可多达8步升温程序。当用选配的选择性进样器和微喷式冷阱，最多有8个温度段可以自动独立分析。

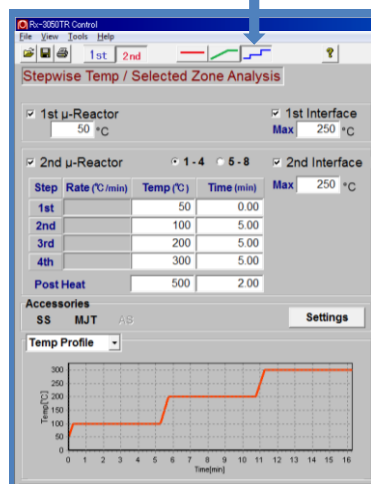
1. 恒温分析模式



2. 线性升温分析模式



3. 逐级升温分析模式



Zone	Initial (min)	Final (min)	Initial (°C)	Final (°C)	Sampling	Cryo-Trap
A	3.00	3.50	100	100	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
B	5.00	5.20	100	100	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
C	10.00	11.00	200	250	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
D	15.00	16.00	300	300	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

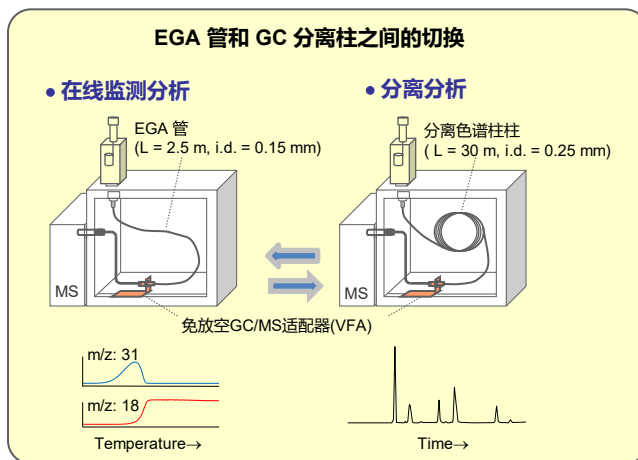
通过打勾确认相应的“采样”和“冷阱”选择框，所选区域中的挥发物进入分离柱。如果需要可激活使用微喷式冷阱。

切换分析模式

从使用 EGA 管的实时监控模式切换到使用 GC 分离色谱柱的 GC/MS 分析是一个简单的过程：

- (1) 在控制软件中切换到所需的分析模式；
- (2) 将 EGA 管更换为 GC 分离色谱柱。

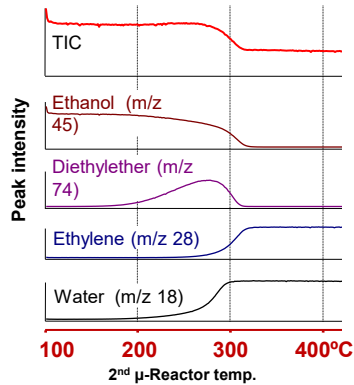
标准套件中包含的免放空GC/MS适配器 (Vent-free GC/MS Adapter, VFA) 有助于切换 GC 分离柱和 EGA 管，而无需对 MS 系统进行排气。此切换大约需要 10 分钟。



应用 1: 乙醇催化转化为乙烯

在线 - MS 分析 “线性升温模式”

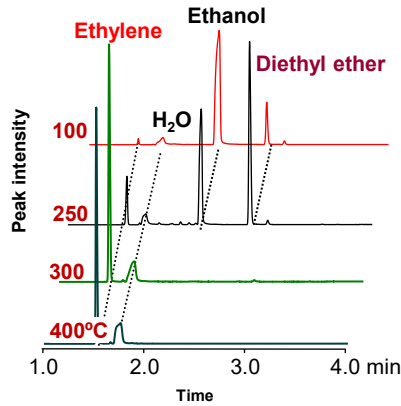
一级微反应器: 100°C,
二级微反应器: 100-400°C (20 °C/min)
催化剂: H-ZSM-5



当反应温度以恒定速率升高时, 监测催化反应产物。当温度达到280 °C时, 乙醇的量显著下降, 而乙醚的量则增加。此外, 还观察到乙烯和水的形成。

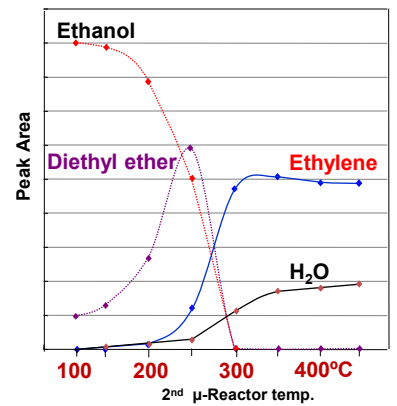
分离分析 “步级升温模式模式”

一级微反应器: 100°C,
二级微反应器: 100, 250, 300 & 400°C
催化剂: H-ZSM-5



根据在线质谱分析结果, 将从每个温度区释放的挥发物引入分离柱并进行分析。随着反应器温度升高, 形成乙烯和水, 而形成的乙醇的量急剧减少。

反应温度与峰面积



这些是随着反应器温度升高从左侧色谱图中获得的峰面积曲线图。它清楚地显示了 ZSM-5 催化剂的功能如何随反应器温度的变化而变化。

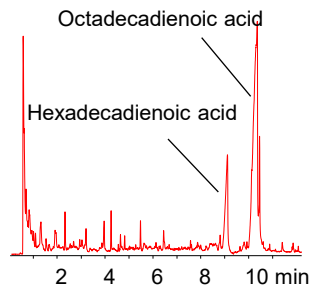
应用 2: 将麻风树“滤饼”转化为生物基化学品

致谢: Dr. Murata of AIST Japan

一级微反应器 & 二级微反应器: 550°C, 催化剂: Zeolite

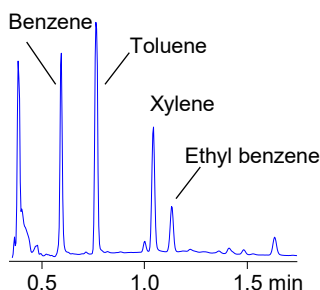
无催化剂

通过瞬时热裂解麻风树滤饼细粉获得的成分主要是两种脂肪酸 (C16 和 C18), 其结构中具有两个双键。



有催化剂

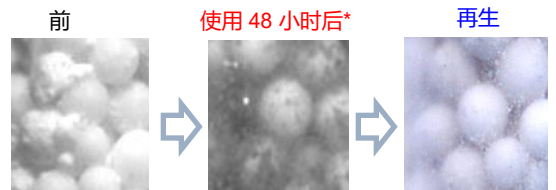
当二级微反应器包含沸石催化剂填充床时, 麻风树滤饼会转化为单环芳烃, 例如苯、甲苯、二甲苯和乙苯。



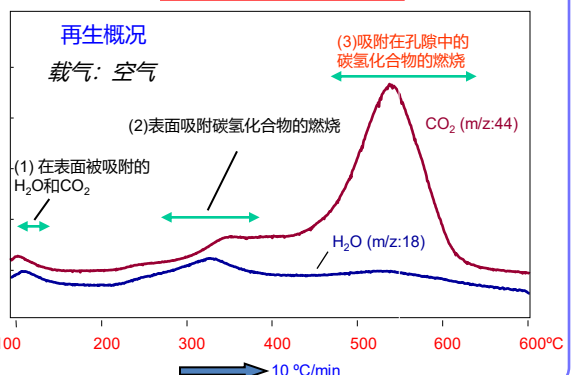
应用 3: 催化剂再生研究

反应器在空气气氛中以线性模式从 100 °C 加热到 600 °C。

催化剂: 20 % H-ZSM-5, (SiO₂/Al₂O₃=150) on Al₂O₃ (20/30 mesh)



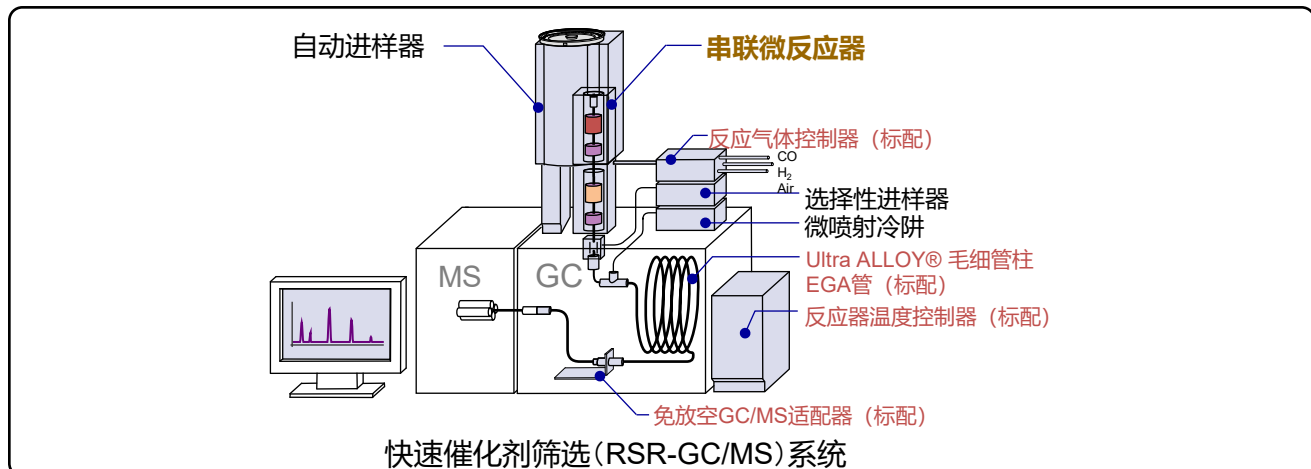
*Sample: 3 % ethanol in He
Flow rate: 50 mL/min
2nd Reactor temp.: 550°C



规格

		串联微反应器 Rx-3050TR	单炉式微反应器 Rx-3050SR
一级反应器			-
温度控制范围		40至700 °C (1 °C /步, 不锈钢流路, 带冷却气) 40至900 °C (1 °C /步, 石英流路, 带冷却气)	-
加热器		圆柱体陶瓷加热器(400 W)	-
流路材料		不锈钢 (用键合二氧化硅薄膜进行表面钝化)	与左边规格相同
接口(ITF)温度控制范围		40~400 °C (1 °C /步, 恒温控制)	-
反应气控制		三种气路手动切换阀切换, 气体流速控制 (最大100 mL/min, 1 MPa)	与左边规格相同
二级反应器			单炉式微反应器
温度控制范围		40~700°C (1°C /步) ;带冷却气体	与左边规格相同
升温速度		最大 200 °C/min (1 °C /步)	与左边规格相同
加热器		筒状加热器	与左边规格相同
催化剂管		催化剂反应管 (石英) : 3 mm i.d.; 4 mm o.d.; 长度: 78 mm	与左边规格相同
接口(ITF)温度		40 至 400 °C (1 °C /步; 恒温控制)	与左边规格相同
控制软件			
系统要求		PC (1 USB port and a CD drive), Compatible OS (Microsoft Windows 11, 10, 8.1)	与左边规格相同
其他			
分析模式	温度控制	等温、线性和步级升温分析模式	与左边规格相同
	采样	选择性进样, GC 分离柱上的 EGA 热分析图, 最多分为8个温度区。 需要选择性进样器和微喷式冷阱	与左边规格相同
需要设备		1. 带分流/不分流进样口的 GC/MS 2. 压缩气体用于冷却 (干燥空气或氮气)	与左边规格相同
所需功率		100 – 120 VAC或 200 – 240 VAC, 50/60 Hz, Max. 800 W	100 – 120 VAC 或 200 – 240 VAC, 50/60 Hz, Max. 400 W
尺寸 (W x D x H) / (kg)		一级反应器 76 x 143 x 195 mm* / 1.8 kg 二级反应器 76 x 143 x 155 mm* / 1.0 kg 温度控制模块 120 x 310 x 310 mm / 5.9 kg(100V), 7.2 kg(200V)	- 76 x 143 x 155 mm** / 1.6 kg 120 x 310 x 310 mm / 5.5 kg(100V) 6.9 kg(200V)
反应气控制装置		160 x 280 x 150 mm / 3.3 kg	160 x 280 x 150 mm / 3.3 kg
标准配件		免放空GC/MS适配器、用于在线分析的EGA管、Ultra超合金®金属毛细管柱, 催化剂管 (装有ZSM-5)、反应气控制器、反应温度控制器等	

*带有单击进样器的反应器安装在GC 进样器上的高度。 ** 带有液体进样器的反应器安装在GC 进样器上时的高度。



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