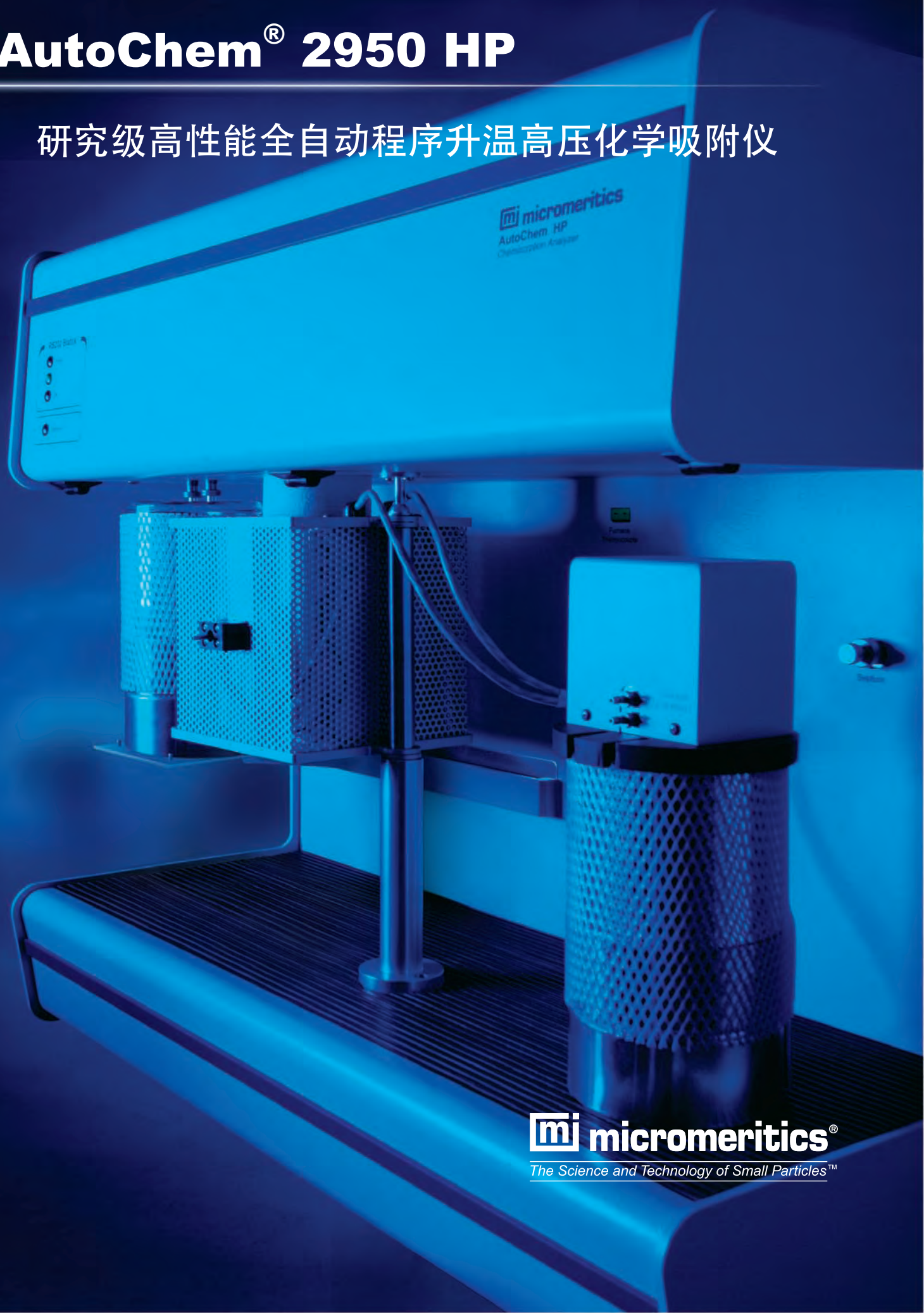


AutoChem[®] 2950 HP

研究级高性能全自动程序升温高压化学吸附仪



micromeritics[®]
The Science and Technology of Small Particles[™]

高压下的催化剂表征

AutoChem 2950 HP研究级高性能全自动程序升温高压化学吸附仪

AutoChem 2950 HP研究级高性能全自动程序升温高压化学吸附仪是一款全自动高压催化剂表征仪器，可以提供压力高达1000psi以及温度范围从-110℃到1100℃条件下样品的分析。该款仪器可进行各种实验分析，包含脉冲化学吸附、BET比表面积、高压程序升温还原（HTPR）、高压脱附（HTPD）、高压氧化（HTPO）和反应分析。除了带有麦克仪器AutoChem II 2920全部功能外，AutoChem 2950 HP适用于包含燃料电池和储氢研究的多种应用。这种微型反应器结合质谱可在商业可行条件下用于确定产品产量以及催化活性。

在工艺开发阶段，使用微反应器代替试验工厂是一种非常经济的选择。对于不能承受试验工厂的投资的刚开始运作的小公司来说，一个微反应器也是展示他们工艺的可负担得起的选择。



适用于多种应用的台式微反应器

- HTPR（高压程序升温还原）：活性金属负载催化剂的商业化反应的仿真
- 燃料电池的应用：改良碳氢化合物产生氢气的过程
- 储氢材料的应用：使用混合的金属氢化物随着温度变化而改变储氢的能力，用户改变氢气的压力来确定储氢

能力随压力变化的函数

- 简单化学反应：AutoChem 2950 HP作为微反应器，允许用户在典型的温度和压力工艺下收集商业化条件的反应数据

AutoChem 2950 HP的标准产品特点

- 无需内置安全监测，允许在最高达1000psi压力条件下进行样品制备和分析
- 多功能分析协议允许复杂的测序和实

验设计

- 压力做为实验的一部分被记录
- 能够进行HTPD、HTPR、HTPO、BET和脉冲化学吸附反应
- 三个质量流量计和一个电子控制压力调节器提供精确的气体流量控制
- 十二个气体进气口-四个用来制备、四个用来载气、四个用来loop气
- 不锈钢样品管能够耐受超出系统极限的温度和压力
- 一个交互式的报告系统，包括一个非常灵活的图形用户界面，允许定制报告



AutoChem 2950 HP的典型应用

催化剂

催化剂的活性表面积和多孔结构对反应速度有很大的影响。限制孔径只允许合适大小的分子进入和离开；建立一种选择性的催化剂能够发生预期的催化作用从而主要得到预期产物。化学吸附对筛选催化剂及测试催化剂性能，再生催化剂等都非常有意义。

燃料电池

铂基催化剂包括 Pt/C 、 $PtRu/C$ 和 $PtRuIr/C$ 常常通过程序升温还原反应确定氧化态数目。脉冲吸附可用来计算：

- 金属表面积
- 金属分散度
- 平均微晶尺寸

部分氧化法

用于氨、甲烷、乙烯和丙烯的气相氧化的锰、钴、铋、铁、铜和银催化剂可采用如下方法进行表征；

- 程序升温氧化
- 程序升温脱附
- 氧的吸附热
- 氧的解离热

催化裂化

酸催化剂比如沸石可用于将大分子碳氢化合物转化成汽油与柴油。这些材料的表征方法包括；

- 氨的化学吸附
- 氨的程序升温脱附
- 烷基胺的程序升温分解
- 芳香胺的程序升温脱附

催化重整

二氧化硅、氧化铝或硅铝等载体上负载铂、铼、锡等金属的催化剂可用于生产氢、芳香化合物和烯烃。表征这些催化剂可得到以下信息；

- 金属表面积
- 金属分散度
- 平均微晶尺寸

异构化

催化剂譬如负载贵金属（典型的如铂）的超微孔沸石分子筛（发光沸石和ZSM-5）可用于直链烷烃生成支链烷烃。支链烷烃增加混合汽油辛烷值，提高石油的低温流动性。这些材料的表征方法包括；

- 程序升温还原
- 脉冲化学吸附

加氢裂化、加氢脱硫和加氢脱氮

加氢裂化催化剂通常由金属硫化物（镍、钨、钴和钼）组成，用于不适合典型催化裂化反应的多环芳烃原料的加工。加氢脱硫和加氢脱氮分别用于从石油原料中去除硫和氮。这些材料的表征方法包括；

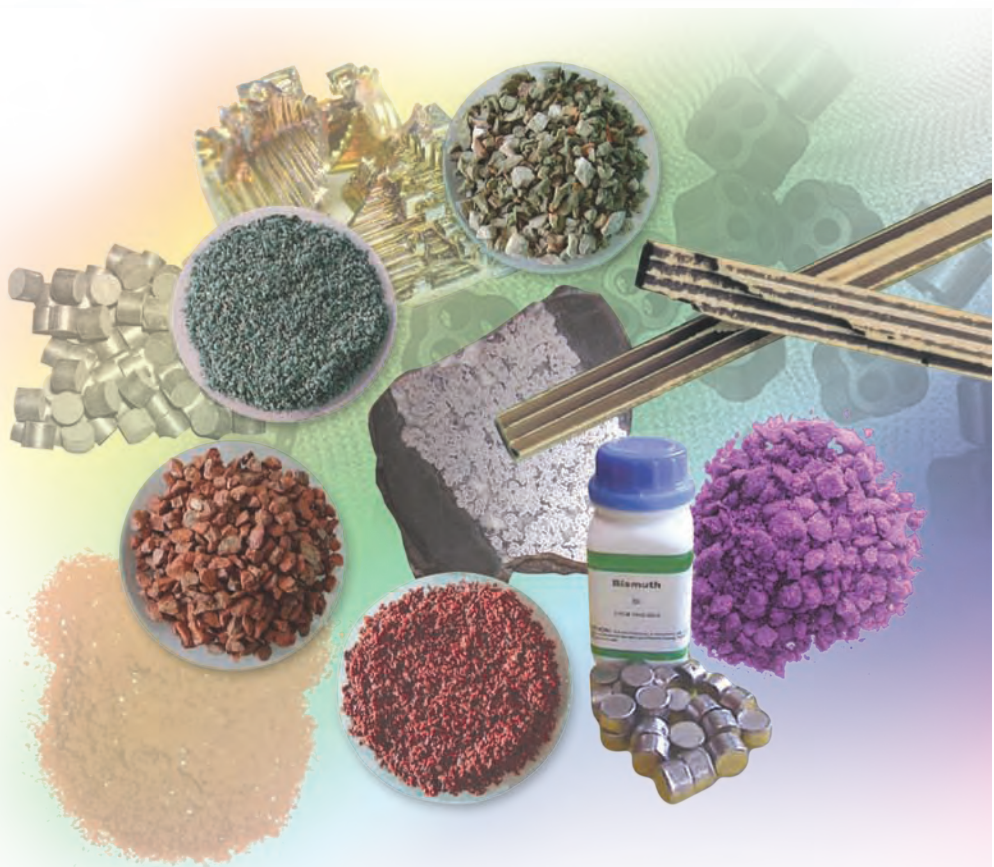
- 程序升温还原
- 氧的脉冲吸附

费托合成

钴、铁等催化剂可用于将合成气（一氧化碳和氢气）转化成比甲烷大的碳氢化合物。这些碳氢化合物有丰富的氢且不含硫或氮。

这些材料的表征方法包括；

- 程序升温脱附
- 脉冲吸附



AutoChem 2950 HP硬件优势

AutoChem 2950 HP为不锈钢制成，完全自动化的流量和压力控制，带实时控制的嵌入式微处理器，用于反应控制的直观的图形用户界面。带温度控制的不锈钢流通管路提供了惰性和稳定的运行环境，并减少了管路中的凝结。嵌入式微处理器允许AutoChem 2950 HP进行实时控制；AutoChem 2950 HP控制与计算机或者工作站的分离增强了仪器稳定性。

12个进气口（制备、载气和分析各4个）能提供执行如TPR/TPO循环试验的系列实验。

3个高精度、独立校准的质量流量计提供了非常准确、程序控制的气体控制。气体流量的高精度保证了稳定的基线和气体体积的准确测定。

分析气体通过一个**精密的自动回路**被载气引入。分析气体可用校准过的注射针通过经过校准的、可方便放置的隔膜注入。

高灵敏度线性热导检测器（TCD）可检测流入和流出样品反应器的气体的细微浓度差别。TCD镀金设计具有超强抗氨腐蚀和抗氧化性，可在恒定温度下运行，防止热失控。

开合式加热炉能够加热石英样品反应器至1100°C，AutoChem 2950 HP可设定任意数量的升温速率和内置方法，方便定制的实验。所包含的KwikCool功能

冷阱移除冷凝物-可选择不使用冷阱以提高响应时间。



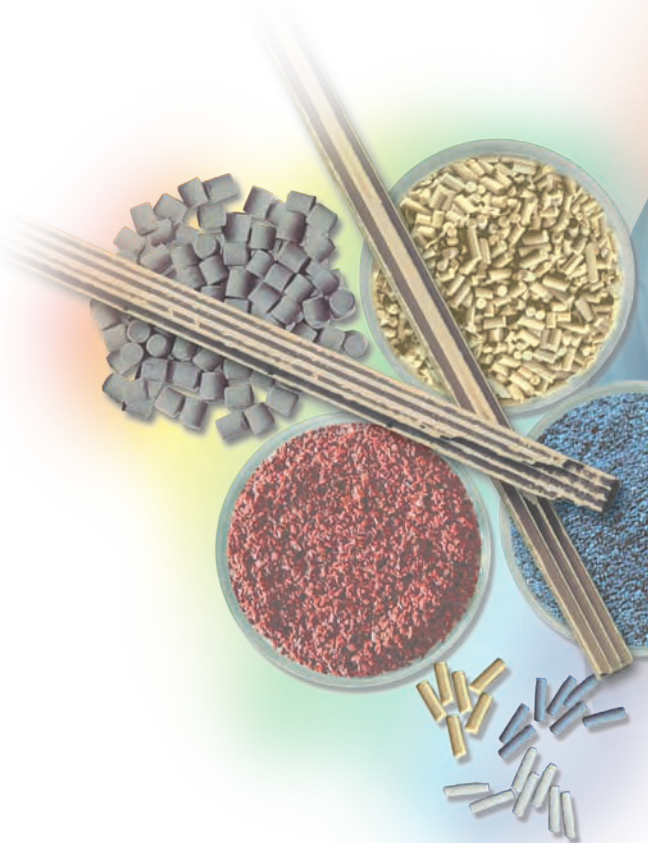
易于打开开合式加热炉的温度范围：环境温度到1100°C

带CryoCooler配件，样品温度低至-110°C。

冷却炉迅速冷却炉内温度到环境温度，减少分析时间，提高测量量。选择**CryoCooler配件**，分析温度可从-110°C到1100°C范围内设定，满足贵金属催化反应研究。

4个内部温度控制区可独立加热。最高达250°C（TCD），管路最高达150°C。这样可以防止在流动过程中凝结，并允许用蒸汽进行研究。

极小体积的内部管路减少了峰扩展并且显著提高了峰的分辨率。此外。它减少了样品反应和相应的探测器响应之间的时间滞后。



在到达检测器前，冷阱可以消除气体中部分污染物。冷阱也可作为延迟BET比表面分析实验的一种途径。

进样环能引入经仔细计量的进气以进行如脉冲化学吸附的分析，AutoChem 2950 HP带有一个1.0cm³进样环，另配有0.5cm³和5.0cm³进样环。如果样品文件已经设定，则进样环可用来引入气体到分析仪，仪器可依据设定样品文件自动进样。

不锈钢样品管能在最高达1500psi条件下安全运行

应用举例

在程序升温还原（TPR）反应中铂金属氧化物与氢反应形成了纯金属。相对热导率很低的氩气，被用作载气的一部分。有很高热导率的氢气按一定比例与氩气混合。此混合气体流经分析仪，通过样品和探测器。

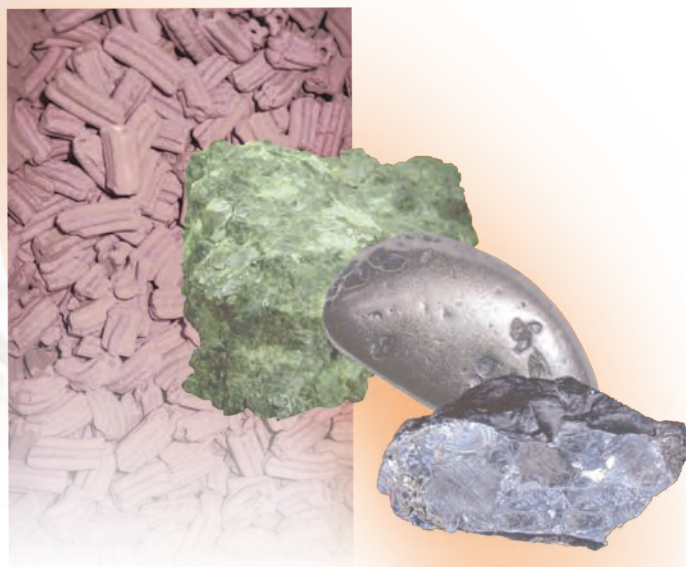
当氢气和氩气混合气开始流经样品时，检测器形成基线读数。该基线是在足够低的温度下建立的，所以样品量并没有减少。流经检测器的混合气体和流过样品的混合气体是一样的，因为低温下，混合气体和样品不发生反应。

然后温度逐渐升高，当达到临界温度时，混合气体中的氢原子与样品发生

反应，形成水分子，水分子被冷阱去除。因此，混合气体中氢气的比例降低，两种气体的比例发生变化，氩气的比例增加，混合气体的热导率发生变化。

因为氩气的热导率低于氢气，所以混合气体的热导率降低。因为流动气体带走细丝内的热量非常慢，所以维持细丝的温度只需很小的电流。仪器记录需求电流的变化（这就是检测器信号）。检测器信号在一定范围内被连续记录。检测结果将呈现正峰或者负峰。

这个例子说明了仪器操作的基本原理。当然，AutoChem 2950 HP不同类型的分析可导致不同的结果。例如脉冲化学吸附分析会有一系列逐渐变大的峰，因为样品分别进样，但是气体等量增加。最初气体被样品吸收导致较小的峰，但是当所有的活性中心达到饱和，没有气体再被吸收，则所有的峰开始变为一样大小。



分析软件和报告

AutoChem 2950 HP软件特点

AutoChem 2950 HP软件采用视窗界面，它提供了客户熟悉的所有便利的特点，点击、下拉菜单、访问多台打印机和网络驱动器和多任务处理能力。AutoChem 2950 HP用户界面包含更多的功能。除此之外，熟悉的视窗界面减少新操作者的培训时间，可快速上手，提高效率。

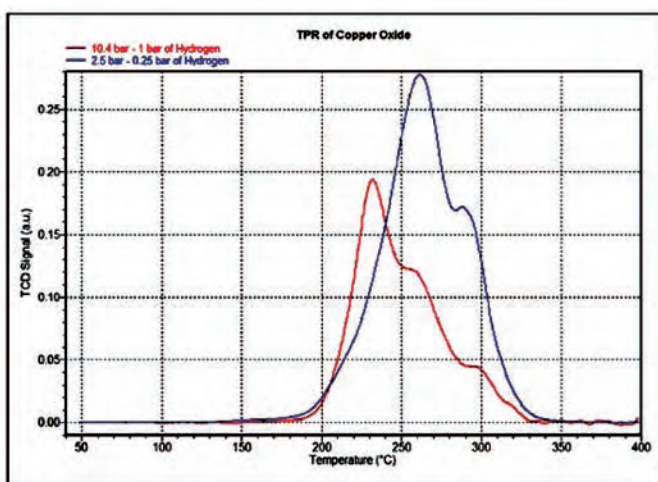
该仪器屏幕的示意图显示仪器的当前运行状态，包括分析和预处理气体和蒸汽的可用性，气体的流动方向和TCD读数。如有需要，它也允许操作者手动控制仪器。

从任何预编程实验条件中创建方法排序或者创建自定义排序。用

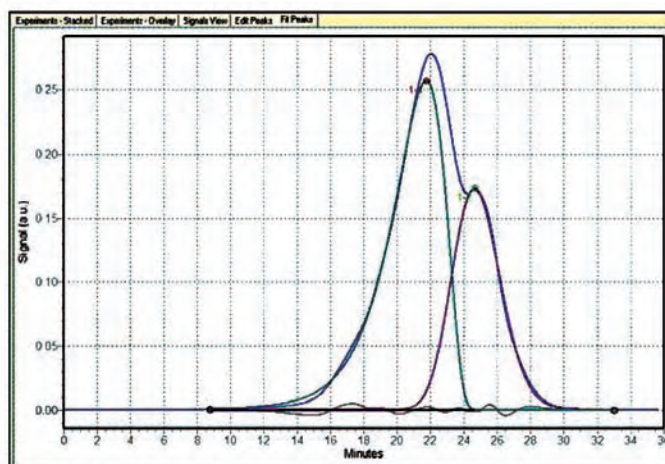
户可以方便地选择预处理和分析任务，并指定条件，如升温速率、气体流速、数据测量的时间间隔。分析方法可随时修改，甚至在分析过程中也可修改。

完全集成的、交互的峰编辑数据包使用户能快速方便地评估结果、编辑峰并产生反映具体需求的报告。调整峰

边界只需简单的指向和点击就可完成。峰编辑器也可以用于层叠峰的去卷积。峰去卷积是峰值编辑配件的一个简单应用，允许使用者最大限度的利用信息。



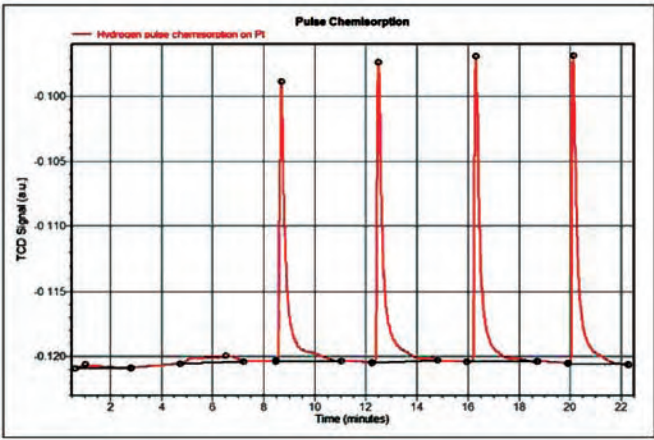
AutoChem 2950 HP 提供可编程、背压控制。用户可评估与真实环境类似的材料、使用压力和温度。氧化铜的TPR反应显示了由于氢气分压的增加导致的还原动力学的变化。



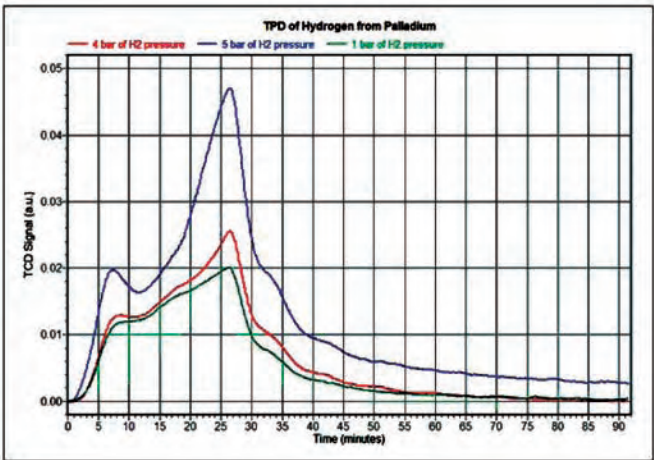
AutoChem 2950 HP包含易于使用的峰编辑功能。用户可快速获得TPR、TPD、TPO数据，更好的理解测试材料的性能。

数据处理和报告

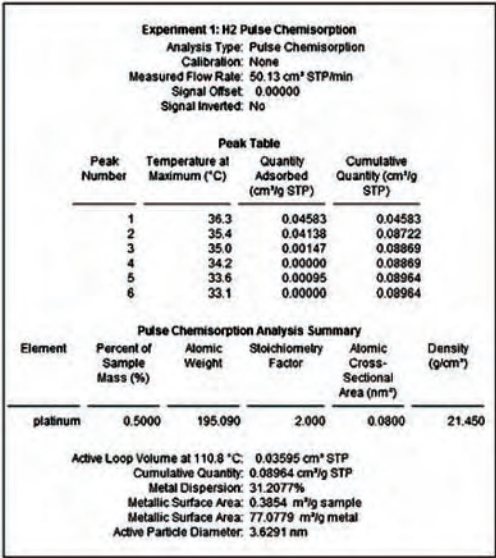
- 为便于比较不同样品或者同一样品不同数据处理结果，多组数据列表可重叠显示。用户可绘制外连设备产生的数据与操样品反应时间或温度的图（如质谱仪和气相色谱仪）。
- 整合质谱数据文件，可同时操作TCD和质谱。
- 一台电脑可控制两个相同或不同型号的AutoChem分析仪，最大限度的节省实验室空间，也可以连接其他型号的麦克仪器公司的仪器。



脉冲吸附等传统方法是AutoChem 2950 HP的标准功能。脉冲化学吸附的计算提供了一个快速、准确评估的催化剂活性的方法。



可用程序温度控制脱附从钯中除氢来显示改变氢气压力可使钯中储存更多的氢气，



AutoChem 2950 HP拥有一个完整的报告系统，包括表面活性特性的计算。脉冲化学吸附报告包括分散、活性表面积和晶粒尺寸。附加的软件包含一个活性金属性质数据库，以确定基于一阶动力学的Arrhenius参数。