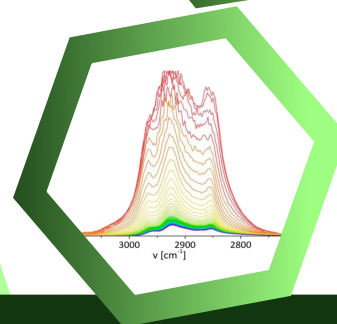
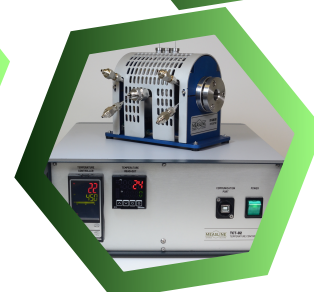


# MEASLINE

ADVANCED

SOLUTIONS

## Reaktor do badań spektroskopowych HT-IRS 01



**Urządzenie dostosowane do spektrometrów IR pracujących w trybie transmisyjnym**

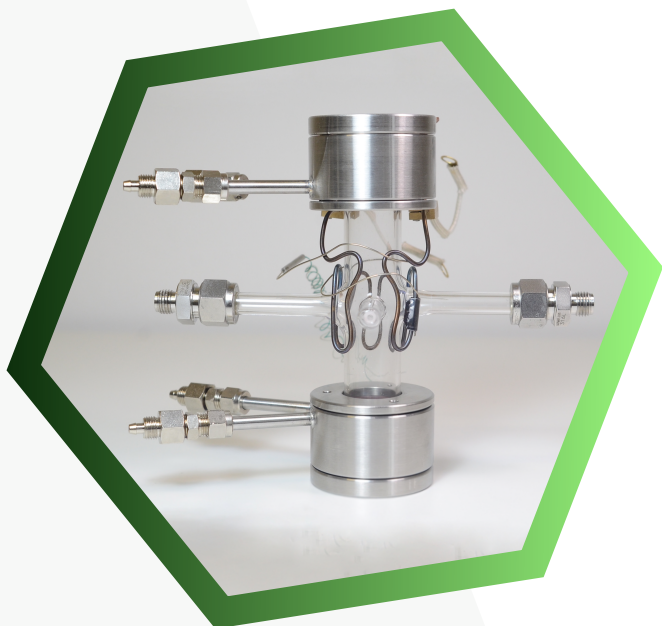
Reaktor HT-IRS 01 stanowi rozszerzenie do spektrometrów pracujących w podczerwieni i jest kompatybilny ze wszystkimi dostępnymi komercyjnie spektrometrami IR. Urządzenie jest przeznaczone do pracy w trybie transmisyjnym spektroskopii optycznej. Jego unikalna konstrukcja pozwala na integrację również z innymi metodami analitycznymi, takimi jak spektroskopia masowa, chromatografia gazowa i inne.

## Motywacja do stworzenia Reaktora HT-IRS 01

Spektroskopia w podczerwieni jest uniwersalną, nieniszczącą techniką stosowaną do identyfikacji budowy cząsteczek. Badania spektroskopowe, np. powierzchni katalizatorów, prowadzą do uzyskania wyników w postaci widm IR, których interpretacja dostarcza zarówno jakościowych, jak i ilościowych informacji. Pozwalają one na określenie natury centrów powierzchniowych, jak i sposobu wiązania cząsteczki reagenta z powierzchnią katalizatora. Z kolei badania ilościowe IR umożliwiają wyznaczenie stężenia centrów odpowiedzialnych za przebieg konkretnej reakcji. Badania te są możliwe do zrealizowania wyłącznie dzięki wykorzystaniu techniki transmisyjnej, w której analizuje się światło przechodzące przez próbkę.

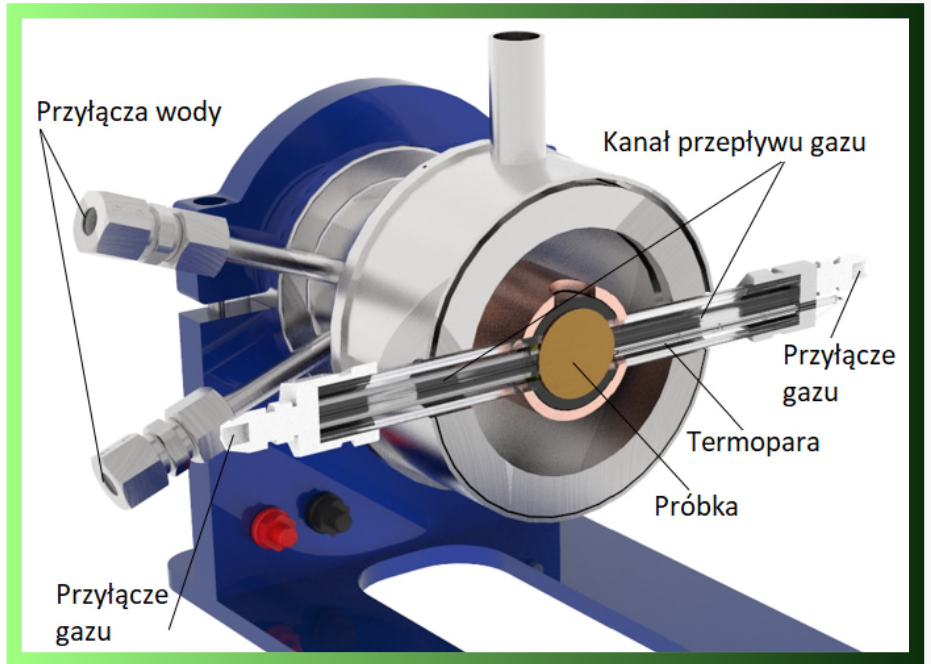
Dostępna obecnie aparatura do badań spektroskopowych posiada szereg ograniczeń, m.in. zbyt wąskie zakresy temperatur pracy reaktora, często brak możliwości prowadzenia eksperymentu zarówno w warunkach próżniowych jak i przepływu reagentów, a także zakłócenia wyników poprzez interakcje z substancjami uwalnianymi z elementów metalowych i polimerowych konstrukcji reaktora.

## Najważniejsze cechy wyróżniające urządzenie

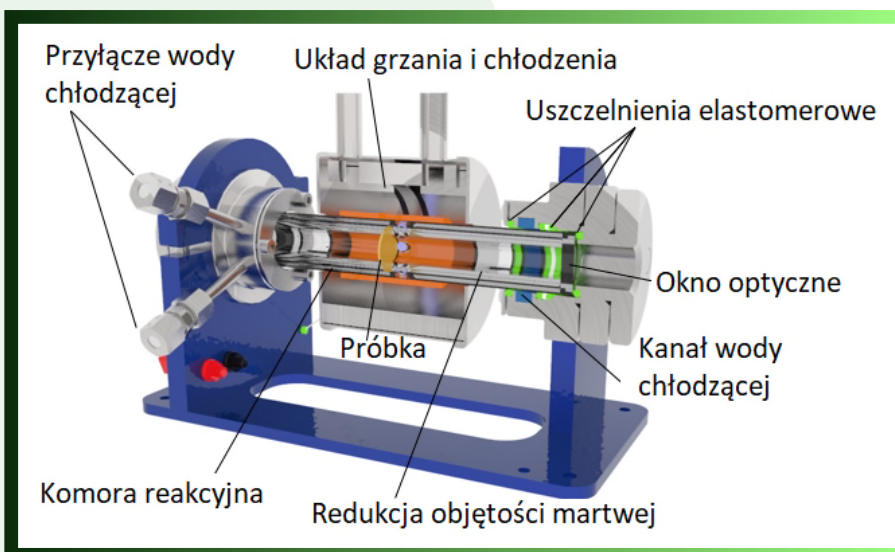


- zapewnienie pasywności chemicznej komory analitycznej poprzez wykonanie jej w całości z kwarcu;
- szeroki zakres temperatur aktywacji próbki od temperatury pokojowej do 1000 K;
- szeroki zakres temperatur pracy od 100 do 1000 K;
- temperatura pracy stabilizowana dzięki zastosowaniu termopary znajdującej się tuż nad próbką, sprzężonej z układem chłodząco-grzejnym. Kontakt termopary z medium gazowym jest wyeliminowany poprzez umieszczenie jej w osłonie kwarcowej;
- zwiększona efektywność chłodzenia poprzez zastosowanie bezpośredniego kontaktu cieczy chłodzącej z komorą reakcyjną w obszarze uszczelnień;
- szczelność komory na poziomie  $10^{-9}$  mbar·l/s, umożliwiająca prowadzenie eksperymentu w warunkach próżniowych;
- możliwość pracy również w warunkach przepływu gazów;
- wyeliminowanie niepożądanego zjawiska adsorpcji wody i niszczenia elementów układu spowodowanej obecnością reagentów indukujących korozję. Jest to zapewnione poprzez zastosowanie uszczelnień elastomerowych utrzymywanych w temperaturze chłodzącej wody. Umieszczenie uszczelnień zapewnia niemal całkowity brak kontaktu z medium gazowym wypełniającym reaktor.

Zasadniczą częścią reaktora HT-IRS jest komora reakcyjna, obejmująca cylindryczną kwarcową rurę, z co najmniej dwoma prostopadłymi wyprowadzeniami, które umożliwiają doprowadzenie gazowego medium roboczego do obszaru reakcyjnego, w którym umieszczona jest badana próbka. Trzecie, prostopadłe do pozostałych wyprowadzenie pozwala na umieszczenie termopary



w komorze reakcyjnej tuż nad próbką. Termopara umieszczona jest w kwarcowej osłonie, w celu uniknięcia oddziaływania z reagentami. Na końcach komory reakcyjnej umieszczone są okna optyczne uszczelnione za pomocą elastomerowych uszczelnień odseparowanych od reagentów.



Uzyskiwanie pożądaných temperatur realizowane jest za pomocą układu grzania i chłodzenia umieszczonego bezpośrednio na komorze reakcyjnej i ją otaczającego. Precyzyjna regulacja temperatury zapewniona jest poprzez sprzężenie termopary z układem grzania i chłodzenia.

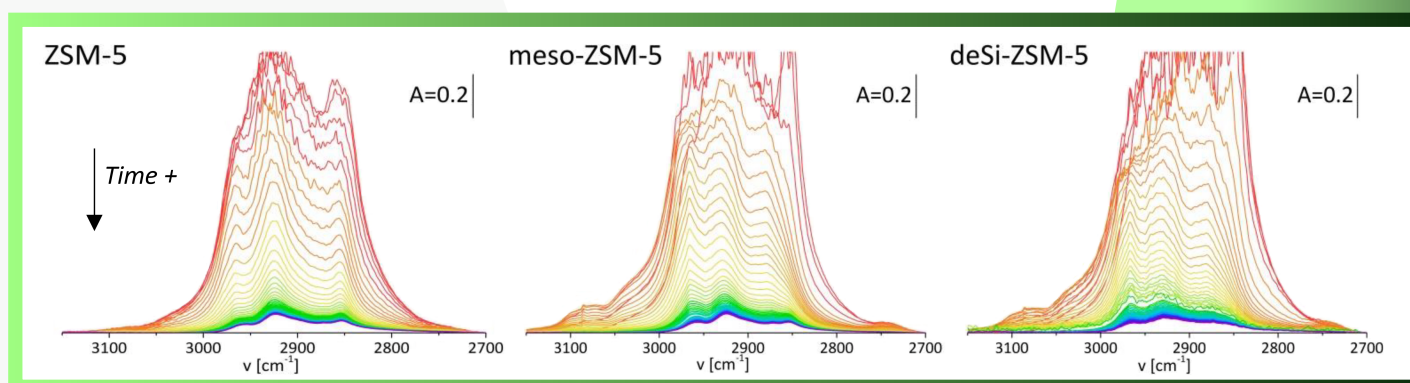
Komora reakcyjna umieszczona jest na aluminiowym stelażu za pomocą układów mocujących utrzymujących dwa przeciwległe końce komory. Komora wraz z układem grzania i chłodzenia umieszczona jest w wewnętrznej i zewnętrznej osłonie termicznej.

Temperatura wewnątrz reaktora kontrolowana jest za pomocą kontrolera TCT 02. Jest on wyposażony w regulator temperatury podłączony do termopary zintegrowanej z grzejnikiem. Posiada również wyświetlacz temperatury, umożliwiający odczyt temperatury z termopary. Kontroler posiada możliwość podłączenia do komputera za pomocą wejścia USB.

## Dodatkowe zalety Reaktora HT-IRS 01

- zminimalizowana objętość martwa komory reaktora zapewnia rejestrowanie zjawisk w czasie rzeczywistym. Objętość martwa jest zredukowana przez grubościennne wkładki kwarcowe i wynosi nie więcej niż  $1 \text{ cm}^3$ ;
- prosty demontaż przy wymianie próbki lub konieczności czyszczenia;
- możliwość chłodzenia komory kwarcowej za pomocą ciekłego azotu;
- minimalizacja kosztów związana z eksploatacją urządzenia w zakresie komponentów optycznych; reaktor wyposażony w dedykowanego kontrolera temperatury.

## Przykładowe wyniki badań z zastosowaniem Reaktora HT-IRS 01



Widma uzyskane podczas pomiarów FTIR *in operando* (w przepływie gazów reakcyjnych), pochodzące od drgań rozciągających wiązań C-H związków obecnych na powierzchni katalizatora podczas krakingu LDPE w temperaturze  $230^\circ\text{C}$ .

Wyniki te zostały opublikowane w publikacji dostępnej pod adresem <https://doi.org/10.1002/cssc.201802190>.

Urządzenie zostało opracowane we współpracy z Uniwersytetem Jagiellońskim.

Reaktor jest objęty ochroną patentową: Pat.232633.