

上海民生路 550 号 1505-1509 室, 邮编 200135 Suite 1505-1509, 550 Minsheng Rd., Shanghai, P.R. China 200135 www.micromeritics.com www.micromeritics.com.cn t.sina.com.cn/micromeritics

Microactivity Effi 操作指南

仪器说明



图 1.1 微型反应器的示意图

图 1.1 为微型反应器的示意图。催化剂装载到固定床管式反应器内部的多孔筛板上, 反应器内部的流向是从上至下,反应混合物反应器的上部进入而在底部获得产物。

在经过一排截止阀后,由质量流量计控制反应气体进入反应器。为了防止产物回流到管线中,使用配备 Kalretz 橡胶密封垫(弹性特氟龙)的止回阀保护质量流量计。

如果反应物包括液体,则使用 GILSON 生产的 HPLC 正相泵进料,流速在 0.01-5ml/min 之间,压力可高达 600 bar。液体通过低死体积的止回阀进入系统。

液体和气体反应物进入带有电强制对流加热器的热箱体系,保证工艺路线维持在 160℃,甚至180℃,防止体系中可能发生的冷凝。

当气体加热液体蒸发后,气流混合并流入六通阀。此阀为气动控制,可通过远程 计算机或通过触摸屏确定流通路线:或者流向反应器,或者流向系统排气口(反应器 旁路)。

当反应物直接流向反应器时,在反应器进口和出口会通过一个由 316 不锈钢制成的 10 µm 烧结过滤器,因此可以保护阀的配置不受催化剂极细微颗粒的影响。

mi micromeritics®

The Science and Technology of Small Particles™

麦克默瑞提克(上海)仪器有限公司 Micromeritics Instrument (Shanghai) Ltd.

上海民生路 550 号 1505-1509 室, 邮编 200135 Suite 1505-1509, 550 Minsheng Rd., Shanghai, P.R. China 200135 www.micromeritics.com.cn t.sina.com.cn/micromeritics

通过六通阀之后,在反应器的出口,反应产物流出热箱进入带有高分辨率电容液 位传感器的气液分离器。液体在较低温度下冷凝。标准的细类单元,液体会在冷凝器 内累积,需要手动排出。如果选择在分离器内配置液位控制系统,在极短的时间内流 出反应液体样品而不造成液体累积或稀释。

分离器上部气体排出口,再次进入热箱和用于压力控制体系,压力控制体系具有 温度与热箱相同的伺服定位微量调节阀,可在排气口提供连续稳定的气体流速。在不 配置压力控制的体系中,气体会直接流向排出口。

如果采用压力控制,反应气体直接流出热箱,用与进一步分析,例如,气相色谱。 Microactivity-Effi 通以太网通讯进行本地控制或者远程控制。该仪器的安全系统集成于 一个微处理器中,可独立于计算机。另外,从各控制回路报警信号处于微处理器控制 下,鉴于系统不同警报级别而程序控制。警报系统是独立于计算机的,即使 计算机出 现问题,安全警报系统仍然能够运作。

、 仪器指标							
Microact	Microactivity Effi						
电源	220VAC±10%						
频率	50 或 60Hz±1%						
最大功率	3400W						
工作环境温度	0-40°C						
相对湿度	10-60%						
尺寸	75/58/79cm						
重量	120Kg						

三、 仪器外观



正面



上海民生路 550 号 1505-1509 室, 邮编 200135 Suite 1505-1509, 550 Minsheng Rd., Shanghai, P.R. China 200135 www.micromeritics.com.cn t.sina.com.cn/micromeritics



热箱内部



背面



上海民生路 550 号 1505-1509 室, 邮编 200135 Suite 1505-1509, 550 Minsheng Rd., Shanghai, P.R. China 200135 www.micromeritics.com cn t.sina.com.cn/micromeritics



右侧面



左侧面

四、 基本单元

Microactivity Effi 基本单元包含以下设备:

- 1. 三个气体进料质量流量计
- 2. 预装好的液体进料管路
- 3. 热箱
- 4. 反应器旁路六通阀
- 5. 反应器进出口颗粒过滤器
- 6. SS316 管式反应器以及热偶
- 7. 热辐射加热炉
- 8. 压力控制系统
- 9. 气液分离器

Mi micromeritics[®]

The Science and Technology of Small Particles™

麦克默瑞提克(上海)仪器有限公司 Micromeritics Instrument (Shanghai) Ltd.

上海民生路 550 号 1505-1509 室, 邮编 200135 Suite 1505-1509, 550 Minsheng Rd., Shanghai, P.R. China 200135 www.micromeritics.com www.micromeritics.com.cn t.sina.com.cn/micromeritics 10. 温度控制系统

五、 控制 Loop

Microactivity Effi 具备以下的控制 Loop,常用元件名称和对应的符号如下:

被控制元件	控制 Loop 名称
反应器温度	TIC01
热箱温度	TIC02
气液分离器温度	TIC03
压力	PIC01
气液分离器液面	LIC01
气体质量流量计1	FIC01
气体质量流量计2	FIC02
气体质量流量计3	FIC03

六、 触摸屏操作

Microactivity Effi 的触摸屏操作界面如下图所示:



图 6.1 Microactivity Effi 触摸屏操作界面

通过仪器的触摸屏,可以完成对仪器各个元件的操控,如阀门的开关,气/液流速的控制,帕尔贴元件温度的控制等,还可对仪器各个元件的参数进行设定。通过点击触摸 屏的响应位置,能够进入到响应元件的参数设置中。例如,点击上图中红色箭头所指 的位置,将进入反应炉的参数设置,如图 6.2 所示:

麦克默瑞提克(上海)仪器有限公司 Micromeritics Instrument (Shanghai) Ltd.

上海民生路 550 号 1505-1509 室, 邮编 200135 Suite 1505-1509, 550 Minsheng Rd., Shanghai, P.R. China 200135 www.micromeritics.com cn t.sina.com.cn/micromeritics



图 6.2 热箱部分触摸屏界面

在图 6.2 中,有三个可控元件,分别是 TIC01 (控制反应器温度),TIC02 (控制热箱温度)和 VIC01 (控制反应器旁路六通阀的开合)。两个温度元件名称下方有黄色和淡黄色两个方框,分别代表实时温度和设定温度。在此界面可以完成对温度的设定和阀门的开关。继续点击反应炉,会出现 6.3 图所示的界面,可选择对反应炉进行更为详细的参数设定和警报设定,详细设定已在出厂前已调试完毕,其中的参数切勿随意改变。警报设定显示如 6.4 图所示。



麦克默瑞提克(上海)仪器有限公司 Micromeritics Instrument (Shanghai) Ltd.

上海民生路 550 号 1505-1509 室, 邮编 200135 Suite 1505-1509, 550 Minsheng Rd., Shanghai, P.R. China 200135 www.micromeritics.com www.micromeritics.com.cn t.sina.com.cn/micromeritics 图 6.3 参数设定和警报设定界面

	ALARM TICOL: REACTOR	ETTEMP.
E1H:	790	PC .
FIC01:	FREE	•
FIC01 Q.:	0.000	mlN/min
FIC02:	FREE	-
FIC02 Q.:	0.000	mlN/min
FIC03:	FREE	•
FIC03 Q.:	0.000	miN/min
FIC05;	FREE	-
FIC05 Q.:	0.000	mlN/min
FIC06:	FREE	-
FIC06 Q.:	0.000	mlN/min
FIC07:	FREE	-
FIC07 Q.:	0.000	mIN/min
FIC04:	FREE	-
FIC04 Q.:	0.000	min/min
FIC08:	FREE	-
ETCOR O .	0.000	mh/min

图 6.4 警报设定界面

在警报设定界面中可对仪器报警参数进行设定,如可设定炉温达到 800 度,暂停所有进料,或继续保持进料等等。

可使用同样的方法可对质量流量计,气液分离器,液体进料泵等进行相应的的参数设定。

七、 Process@软件操作

在 Process@软件中,也可对仪器各个元件的操控并仪器各个元件的参数进行设定。除此之外,该软件可用于液面传感器的校准、反应参数的设定和反应的进行。

1. 打开软件,进入登录界面。

🔑 Us	er Login	۲
	User Select User	
	Password	
	LOGIN	

2. 通过下拉菜单选择用户名, Administrator 的密码是 1234。点击下图箭头所指的位置用户可根据自身需要自定义用户名和访问权限。



上海民生路 550 号 1505-1509 室, 邮编 200135 Suite 1505-1509, 550 Minsheng Rd., Shanghai, P.R. China 200135 www.micromeritics.com www.micromeritics.com.cn t.sina.com.cn/micromeritics



3. 登录界面后,将如下图所示。在此界面可对仪器各部件的参数进行设定,如气体流速,液体流速,反应器温度,热箱温度等。与触摸屏界面操作相同。

nicromeritics®

麦克默瑞提克(上海)仪器有限公司 Micromeritics Instrument (Shanghai) Ltd.

The Science and Technology of Small Particles™

m

上海民生路 550 号 1505-1509 室, 邮编 200135 Suite 1505-1509, 550 Minsheng Rd., Shanghai, P.R. China 200135 www.micromeritics.com uww.micromeritics.com.cn t.sina.com.cn/micromeritics



操作界面左侧的图表的含义分别是:

警报指示:当 Effi 处于报警条件下,此指示会在左侧上方不断闪烁。当用户在 Process@软件内设置警报条件时,此图标也会出现。

禁止指示: 当警报导致反应停止时, 此图标会出现, 直到警报解除。

➡ 数据采集指示

Experiment Name

20131121092624

Experiment Time 00:00:30

实验信息指示:实验文件名和实验进行的总时间。

Session Number

Session Time

00:00:24

Remaining Time

00:59:36 实验步骤信息指示:实验进行到哪一步,在此步骤下已进行的时间和目前整个实验所消耗的时间。

麦克默瑞提克(上海)仪器有限公司 Micromeritics Instrument (Shanghai) Ltd.

上海民生路 550 号 1505-1509 室, 邮编 200135 Suite 1505-1509, 550 Minsheng Rd., Shanghai, P.R. China 200135 www.micromeritics.com t.sina.com.cn/micromeritics



4. 点击上方的 Graphs 进入仪器记录数据图表界面。

-				P	RDCESS@ 3 - MA EFFI				1	x
	Panel Graphs Sessions Notices & Alarms				s Co	Config Devices				
AAM	GraphTime 20	GraphTimeUnits Hours					Show Colour Variable Na	Scale Low Cae Link	Scale High Limit	Lose. Volue
	900-						1 1001	0	900	34
	850-						🕑 📃 RC01	٥	200	a
							M B005	0	200	0
	800-						MC01	0	100	0
'	750-						V 1001	0	-	0.01
aperiment Name							V 1003	0	200	25.6
DOISLI209064	700						-			
Experiment Time	650-							0	0	4
00.00150								0	D	
								٥	Ð	
	550-							0	Ð	0
								0	0	0
	9								P	0
	450-								-	-
	F 400-									
	350-							0	0	0
	500-								Ð	0
										0
	250-							0		0
Start	200-								D	0
										-
6	150-									
Stee	300-									0
								0		4
	50-							0	D	0
~	0-	al malain	and an and a					0	b	4
DViewer	-96325.39	-720000000	-540000000 -36000000	0 -180000030 000000 Time	180000000 36000000	540000000 720000000 96329	^{97,29}	0	D	0
								0	0	0
49	<						>			
S		canh1	Graph2	Granh3	Granh4	Granh5 Do	ubleGraph1	Dout	bleGra	mh2
Settings		napit	scopera	orapito	Jonephre	- Graphia - Do	an include a partia	200	hedia	burner.
ALL 0189									_	_

在右侧选择实验过程中需要观察和记录的参数, 左侧为图表记录区。右侧所选择的参数, 在实验过程中将被实时记录下来, 并且在图表中作图。

5. 点击上方的 Sessions 进入反应过程设计界面。

micromeritics

麦克默瑞提克(上海)仪器有限公司 Micromeritics Instrument (Shanghai) Ltd.

The Science and Technology of Small Particles™

Imi

上海民生路 550 号 1505-1509 室, 邮编 200135 Suite 1505-1509, 550 Minsheng Rd., Shanghai, P.R. China 200135 www.micromeritics.com.cn t.sina.com.cn/micromeritics



在此部分进行实验过程的设定。在左边的第一列选择实验过程中需要控制的参数, 如气体流速,反应器温度,热箱温度等。右侧每一列代表一个步骤,在空格处输入 每一步每个元件所需达到的条件,并设定好持续时间。设定完后,保存表格,反应 将按照设置的过程逐步进行。

- 6. 点击上方的 Notice & Alarms 可查看仪器现有的警报信息和仪器各部件的连接状态。
- 7. 点击上方的 Config Device 进入配置设置和校准界面。可进行液面传感器的校准。
- 八、 液面传感器校准

电容式液面传感器是 PID 公司的专利技术,能够有效的读取气液分离器中的液面变化。 其工作原理是基于介电常数的变化规律:不同液体的介电常数不同,针对同一液体时,当 其体积发生变化,介电常数变化也会引起响应值的变化。因此,当气液分离器中采集的产 物的种类发生变化,介电常数存在极大的差距时,需要针对相应的液体产物,对液面传感 器进行校准,校准步骤如下:

- 将气液分离器的入口和出口管路卸下,排空气液分离器中的液体。使用一个封闭的 金属元件堵住入口管路,将一个带出口的管路接头中塞入橡胶,一方面堵住出口, 另一方面方便后期校准过程中注入液体。
- 2. 进入 Process@软件,进入 Config Device 界面:

micromeritics

麦克默瑞提克(上海)仪器有限公司 Micromeritics Instrument (Shanghai) Ltd.

The Science and Technology of Small Particles™

上海民生路 550 号 1505-1509 室, www.micromeritics.com

Imi

邮编 200135 Suite 1505-1509, 550 Minsheng Rd., Shanghai, P.R. China 200135 www.micromertics.com.cn t.sina.com.cn/micromertics



几秒过后,校准所用的图将变为可编辑状态:

		ULEV1
Validate	Address Address Configuration High Range High Resolution Max Value Min Value 670 95 Param A 102 Param B	ULEV1
	Param C 95	100-

Adress,显示的是目前液面传感器的连接状态,绿色时表示已连接,可进行校准,红色则表示未连接,不可进行校准。

校准模式有 High Range 和 High Resolution 两种可选,一般来讲, High Range 用于介电常数较大的液体,如水,介电常数为 80,而 High Resolution 一般用于介 电常数较小的液体,如碳氢化合物,介电常数约为 2。当介电常数未知时,先选择 High Resolution 模式进行校准,如果传感器获取的值在分离器中液体体积不到 2ml 时即达到最高,那么选择 High Range 重做校准程序。

- 3. 将 0 和 1024 分别填入 Min Value 和 Max Value 的位置,点击 Validate,以移除之前的校准,使传感器进入准备校准状态。此时传感器图中开始描绘基线。一般来讲,水的基线响应值在 50-100 之间。
- 4. 从下图中,红色箭头所指的位置,即产物出口,使用注射器注入 0.5ml 的液体,几 秒过后,待图中响应值直线稳定后,记录下半毫升时的响应值。然后再次注入 0.5ml

麦克默瑞提克(上海)仪器有限公司 Micromeritics Instrument (Shanghai) Ltd.

上海民生路 550 号 1505-1509 室, 邮编 200135 Suite 1505-1509, 550 Minsheng Rd., Shanghai, P.R. China 200135 www.micromeritics.com www.micromeritics.com.cn t.sina.com.cn/micromeritics 的液体,同样等待几分钟后,记录下其响应值。继续重复此操作两次。最终会获得五个点的响应值: 0ml, 0.5ml, 1ml, 1.5ml 和 2ml。



5. 打开桌面的液面传感器校准表格。此表格已与设定好校准的数据计算公式,同样有 High Range 和 High Resolution 两种模式 High Resolution:

7	High Resolu	tion Channel	
28			
29			
30		Volume	Sensor <u>Value</u>
31		0	130
32		1	246
33		2	390
34		3	528
35		3	528
36		3	528
37			
38			
39		Calibration R	esults
40			
41		Min	Max
42		130	528
43			
44			
45			

在与 Volume 相对应的 Sensor Value 位置,输入刚才记录下来的值。保持其他表格的值不变,调整 2ml 对应的 Sensor Value,以保证校准图为一条直线,接着所需校准的值将在 Calibration Result 中自动生成。

麦克默瑞提克(上海)仪器有限公司 Micromeritics Instrument (Shanghai) Ltd.

______ 上海民生路 550 号 1505-1509 室, 邮

www.micromeritics.com

邮编 200135 Suite 1505-1509, 550 Minsheng Rd., Shanghai, P.R. China 200135 www.micromertics.com.cn t.sina.com.cn/micromertics



High Range:

4	High Range Channel	х				
5						
6						
7	Pol Factor	A (-)	B (+)	C (+)	R2	
8	Default	219	688	56	0,99645733	
9	Dec	221		63		
10	Hex	00DD	02AD	003F		
11						
12	Volume	Sensor <u>Value</u>	Sensor Level		MRE	
13	0	63	0,000		3,38%	
14	0,5	326	0,449			
15	1	545	1,080			
16	1,5	593	1,490			
17	1,5	593	1,490			
18	1,5	593	1,490			
19						
20						
21	Calibration R	esults				
ZZ						
23	Min	Max	A (-)	B (+)	C (+)	
24	63	593	221	685	63	
25						

在与 Volume 相对应的 Sensor Value 位置,输入刚才记录下来的值。在最后一行,再次输入 2ml 时的 Sensor Value。接着 A, B, C 的值将自动生成在 Default 一栏。

为了获取线性的校准曲线,,需要将可能的 A, B, C 的值输入 Dec 一栏,此栏中的 C 值,输入液面为 0 时传感器的响应值。

micromeritics

麦克默瑞提克(上海)仪器有限公司 Micromeritics Instrument (Shanghai) Ltd.

The Science and Technology of Small Particles™

Im

上海民生路 550 号 1505-1509 室, 邮编 200135 Suite 1505-1509, 550 Minsheng Rd., Shanghai, P.R. China 200135 www.micromeritics.com t.sina.com.cn/micromeritics



调整 Dec 一栏中 A 和 B 的值,以 Default 值为参考,以±2 的的差值进行微调, 以确保 Sensor Level 中的值与 Volume 的值接近。若在 Sensor Level 中出现"Err: 502",那么表示调整的值无效,换一个新的值输入即可。最终值一旦确定,所需 的校准结果即出现在 Calibration Result 中。

Calibration F	lesults			
Min	Max	A (-)	B (+)	C (+)
63	593	221	685	63

6. 将上一步中所获取的校准值输入到 Process@软件校准界面的响应位置,点击 Validate,即可确认新生成的参数,校准结束。