

原位透射红外反应池使用说明

一、简介

本产品近常压真空型原位透射红外反应池是一种适配于 Bruker 70v 真空型红外光谱仪的透射红外反应池,可用于催化反应中的原位红外光谱分析。Bruker 70v 真空型红外光谱仪的机箱内部有一预留空间,该空间内部与整个红外内部光学元件一同置于真空环境中,红外光可被引入此预留空间。本产品即针对这一机箱内部预留空间设计了一种适配 Bruker 真空型红外光谱仪的原位反应池。自主研发设计的样品架主要针对较为常见的粉末型和胶状催化剂,反应压力 10^{-4} Torr 至近常压,温度范围可从 110 K 至 673 K。此原位反应池可在催化反应过程中对样品表面进行实时的红外监测。

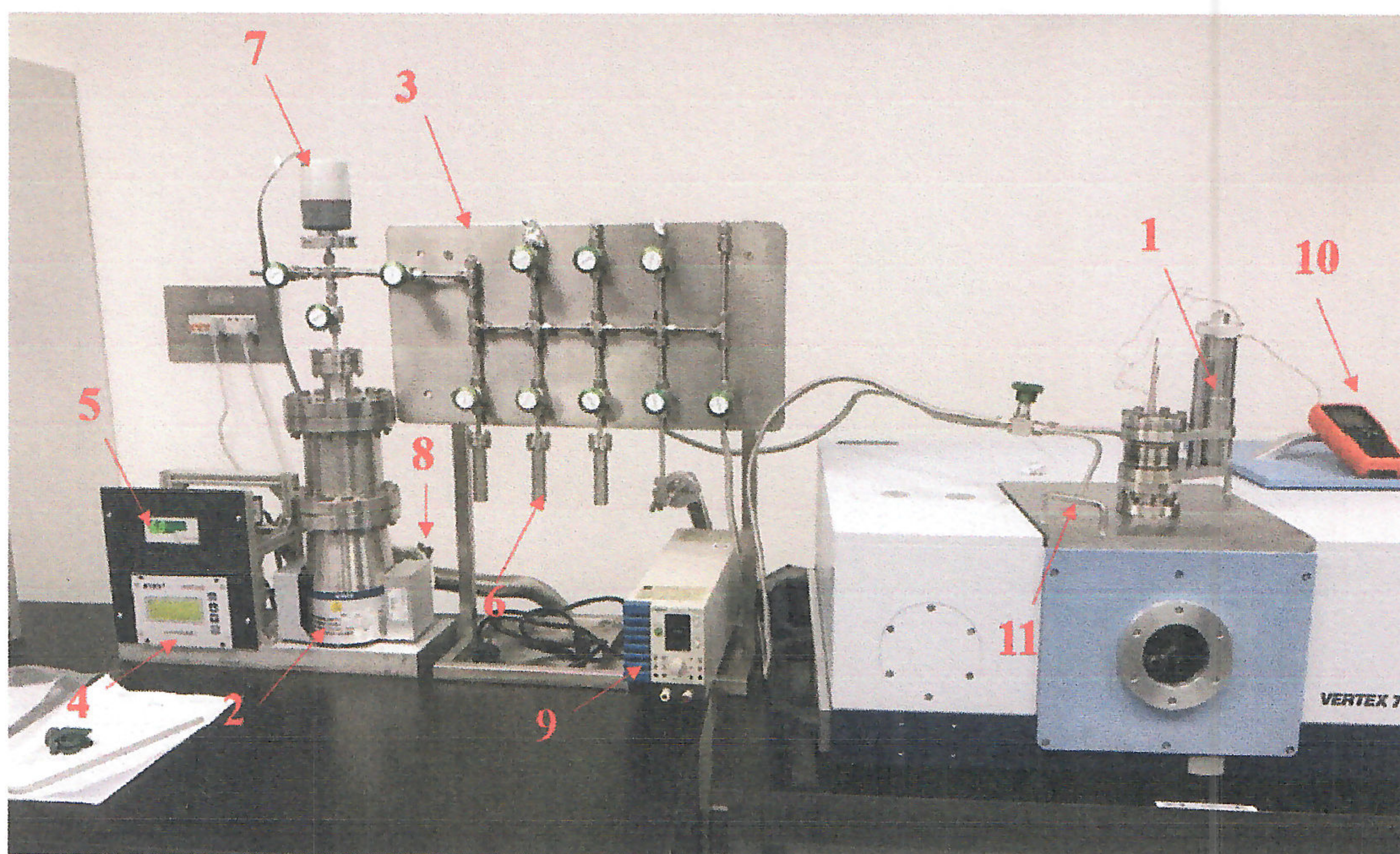


图 1. 原位透射红外反应池实物图

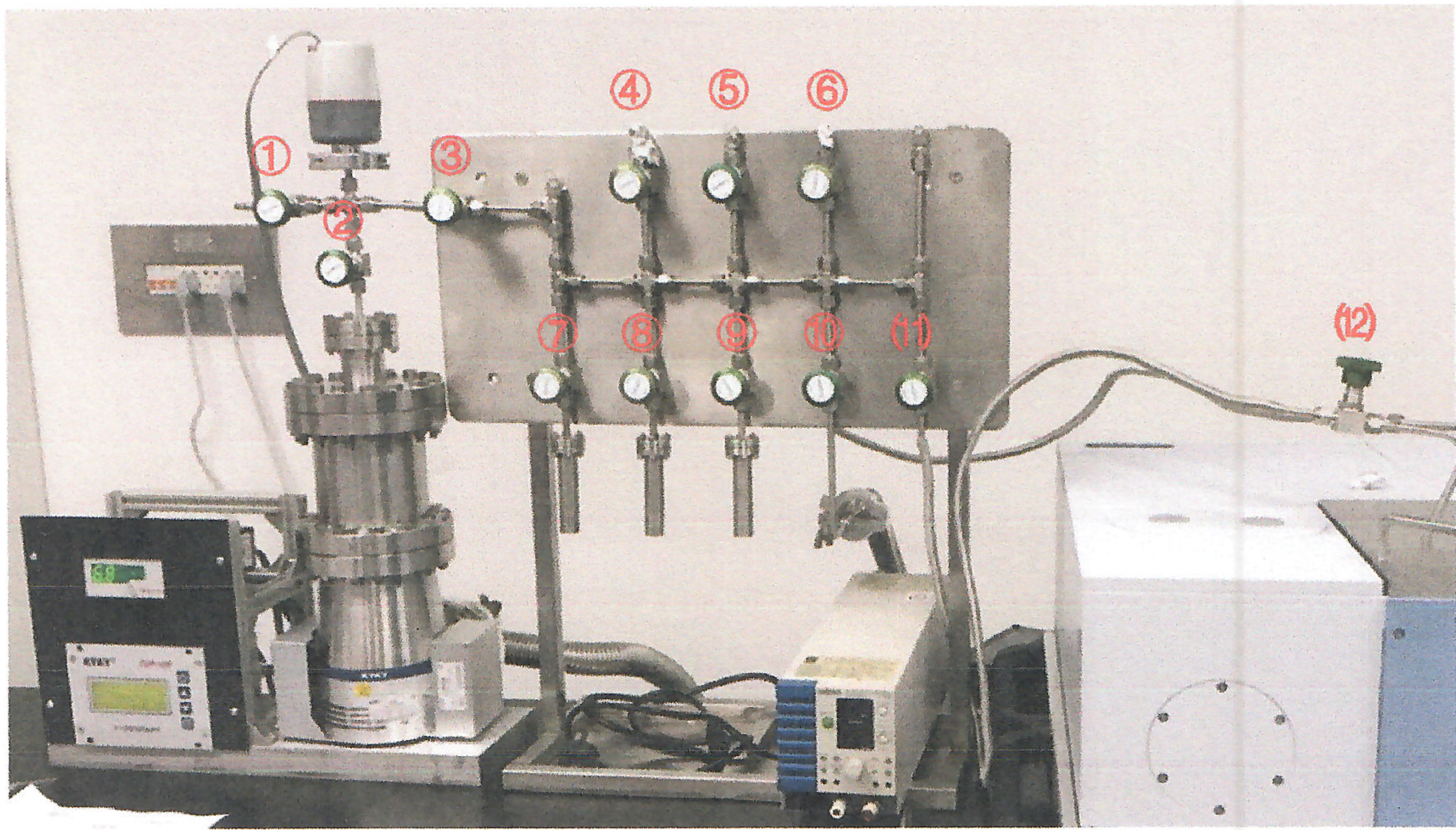


图 2. 气路示意图

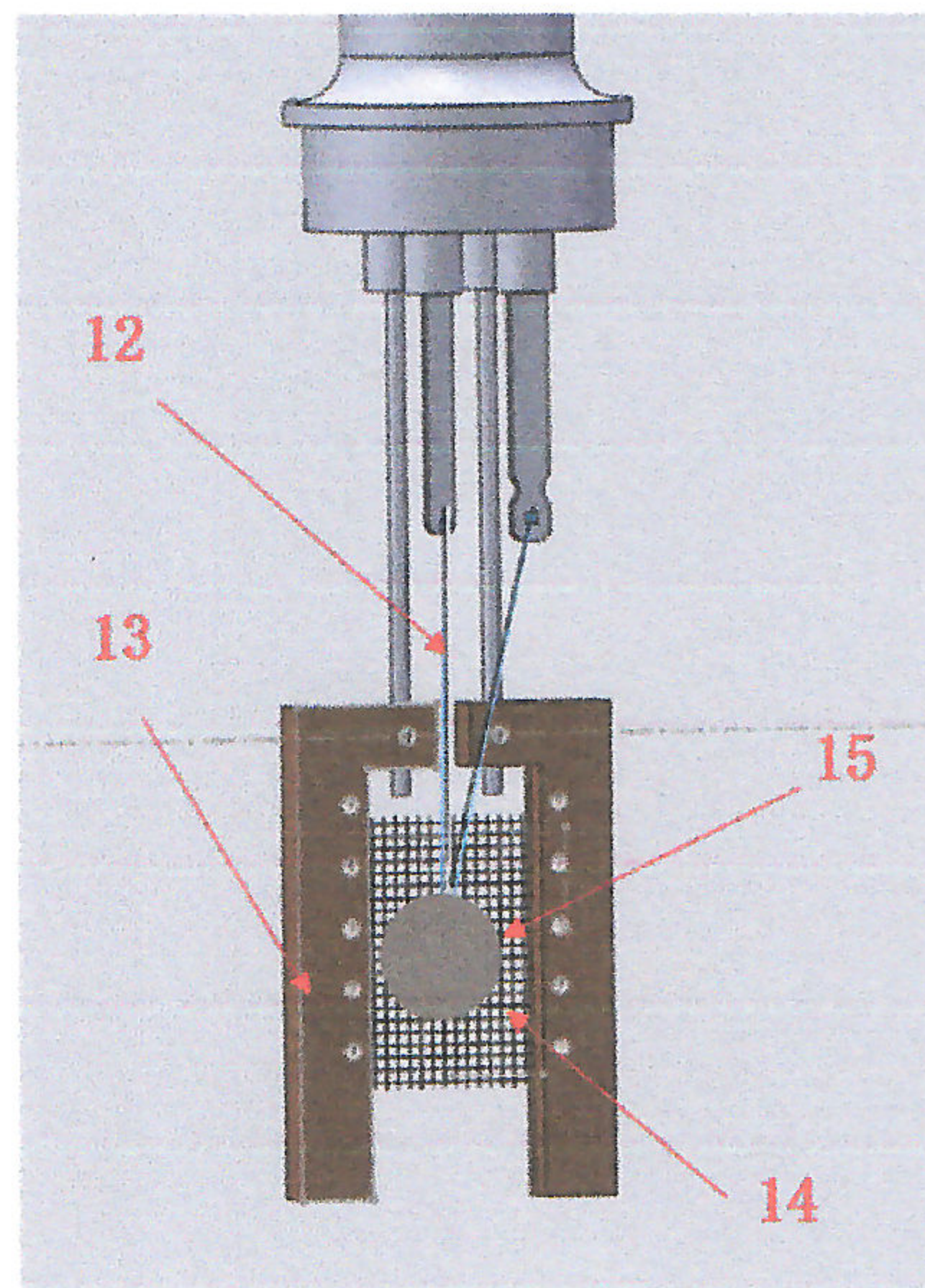


图 3. 样品架示意图

二、 主要组成部分

1. CF35 一维驱动, $Z = 50 \text{ mm}$
2. 150L 分子泵及前级泵
3. 气路
4. 分子泵控制器

5. 全量程规控制器
6. 储气罐
7. 全量程规
8. 角阀
9. 加热电源
10. 温度显示器
11. 提手
12. 热电偶
13. 样品架
14. 钨网
15. 样品

三、 使用说明

1. 将前级泵与分子泵通过成型波纹管连接，气路上的进气口与反应池进气口用波纹管连接，同理连接好抽气管，同时做好前级油泵的尾气排放；
2. 确保阀①和阀⑫关闭，将原位池顶部法兰打开取出样品架，样品架上的钨网 14 通过两侧螺丝锁紧，如需压片可将螺丝取下在钨网上压好样品后再用螺丝锁到样品架上，热电偶 12 需重新点焊到钨网上（与样品位置稍错开），钨网 14 装回样品架 13 以后可将样品架整体法兰放回原位池中，更换新的铜垫圈并锁紧，注意钨网 14 的方向应正对两侧红外窗口；
3. 各级管路及全量程规 7 接好之后打开前级泵开关（确保前级泵已

加机油)粗抽真空,此时角阀 8 保持打开状态,分子泵未开启,打开阀②③⑩⑪⑫,观察真空度,抽至 10^{-2} mbar 以下关闭阀⑩,开启分子泵控制器 4 开关,通过控制器 4 开始给分子泵加速直至满速,进一步抽真空;

4. 进行反应时关闭阀②,打开阀④/⑤/⑥向气路中放入气体,保持阀③⑪打开,可进行气体反应测试,使用加热电源 9 给样品加热,通过温度显示器 10 读出实时温度;
5. 根据实验情况及需要通过电脑控制红外采谱,通过调节 Z 轴驱动 1 的上下高度来调红外信号,使得样品在一个合适的位置;
6. 反应后对反应池进行抽空,若反应池内气体量较大 (10^{-1} mbar 以上),需首先关闭角阀 8,打开阀⑩用前级泵粗抽至真空度降至 10^{-2} mbar 以下时关闭阀⑩,缓慢开启角阀 8,而后缓慢开启分子泵一路的阀②抽真空。

四、 注意事项

1. 反应池有大量气体时不可直接开启分子泵抽空,以免损坏分子泵,需先使用前级泵进行粗抽,有一定基础真空后再开启分子泵;
2. 给样品加热时电流不宜过大,否则会降低钨网使用寿命,钨丝容易断裂,若钨丝端需取出样品架更换新的钨网;
3. 反应池暴露过大气后如对真空度要求较高则需进行烘烤,通过缠绕加热带并连接变压器调温,烘烤 1-2 天后可进一步提高真空度,烘烤温度不宜超过 100°C (全量程附近不超过 80°C);
4. 如粉末样品使用较多,一段时间过后反应池底部可能会有一些样

品粉末掉落，此时可以将反应池整体抬起置于架台上，取下底部盲板法兰，将粉末清除并清洗后再装回反应池即可；或是取出样品架法兰，使用吸尘器吸出掉落的样品粉末。

五、 停电处理及停机操作

1. 如遇突然停电，且泵组均正在运行，需迅速关闭分子泵角阀 8，防止油泵的油雾倒灌进分子泵及设备中，若能短时间内迅速供电（如跳闸），则在来电后开启分子泵（控制器 4）待满速后开启角阀 8 即可，机械泵来电会自动启动；
2. 如停电前有通知，且时间较长，可在通知的停电时间前先保持阀 ① 和阀 ② 关闭，再关闭分子泵角阀 8，点击分子泵控制器按钮让分子泵减速，转速降为 0 之后关闭机械泵开关；来电后首先打开机械泵开关，打开阀 ②，观察全量程规 ⑤ 示数，打开分子泵角阀 8，当真空度好于 10^{-2} mbar 时可以开启分子泵使其加速，满速后设备运行正常即可。
3. 若设备长时间无人使用需停机（如放假等），可先先保持阀 ① 和阀 ② 关闭，再关闭分子泵角阀 8，点击分子泵控制器按钮让分子泵减速，转速降为 0 之后关闭机械泵开关即可。

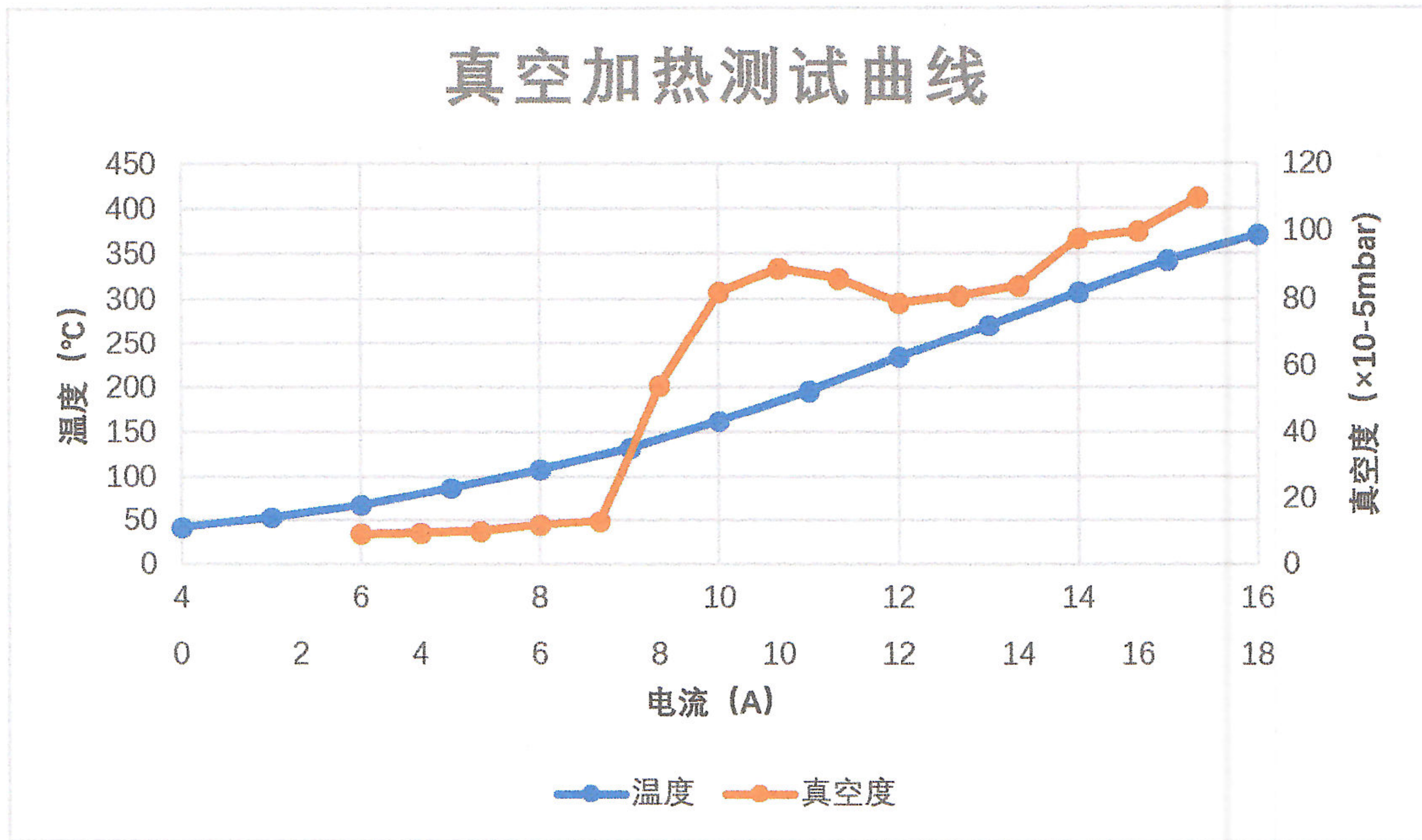


图 3. 真空下加热测试曲线