

## 催化剂筛选速度越来越快 Catalyst Screening Gets Faster

自动化色谱队列增强了高通量测试。

By Mark Krawczyk, Charles P. McGonegal, Matthew J. Schmidt, Mike McCall and J. W. Adriaan Sachtler, UOP, and Martin Plassen, Arne Karlsson and Elisabeth M. Myhrvold, SINTEF Materials and Chemistry



图1. 该设施由UOP和SINTEF开发，有48个反应器测试48个样品。

组合或者高通量方法，应用于发现和商业化新多相催化剂，需要快速筛选新材料的性能。为了达到这个要求，UOP霍尼韦尔和SINTEF拥有悠久的历史、开发和优化新的和有效测量关键催化剂性能变量的工具的历史。组合筛选的关键促成者是高速分析。但是，在平行测试单元中，复杂分析通常要求大量时间进行手动再处理文件。有些情况下，这会导致测试速度减慢。甚至，逆行后在处理工作通常很复杂、乏味、耗时且容易产生认为误差。在本文中，我们将展示一种高效

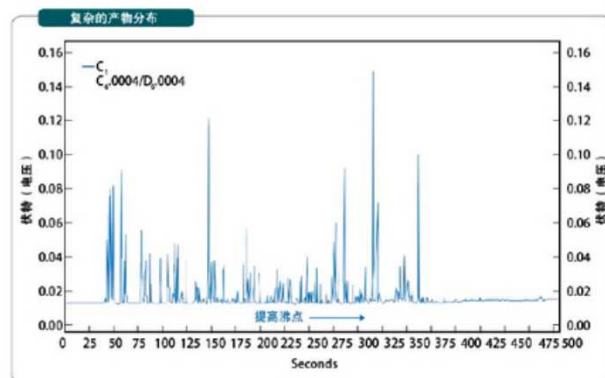


图2. 高分子原料的高通量测试常常产生复杂的色谱图。

的实时自动解决方案，来纠正带多重检测器的多个色谱的保留时间位移，以免导致峰出现识别错误。这个方案直接将多元相关的色谱队列软件，整合成了高通量测试控制软件。

### 催化剂发现过程

寻找合适的原型催化剂，可能需要做很多实验筛选不同化学组分、添加剂、底物和处理方法。另外，催化剂底物评估必须在相关的湿度和压力下，用实际的化学原料进行评估。这常常需要大量测试。高通量测试和组合方法，呈现出不仅仅对于催化科学具有贡献，还可以作为一种促进手段进行生产商业化。连续的战略需要一个工作流程，合并催化剂库设计和建设、主要的或者次要的筛选以及中试。图1所示为我们高通量系统筛选催化剂的其中一个。

在UOP霍尼韦尔的催化剂发现的高通量能力和基础设施，使用一种整合的终端到终端的方法。它包括：材料库的组合合成；催化剂制备采用离子交换和浸渍法；催化剂加工，如氧化、蒸汽处理以及氯化；原位或者非原位催化剂预处理；催化剂配方平行测试，去快速发现商业化原型。专用程序目标导致创新性工具、新兴实验方法、预测性能模型和多相催化剂发现优化工具的开发和应用。工具和方法通常用于催化剂的发现和项目开发，具有很大的经济和社会效益。

目前的基础设施支持UOP霍尼韦尔很多过程开发、催化剂开发和商业化应用项目。通过应用独一无二的测试方法，各种各样的进料过程技术和反应器阶段管理覆盖范围的很宽。甚至，该基础设施弹性很好，允许进行未来过程技术的开发。

具有更复杂产品分布的高分子原料处理过程的增加（图2）对高速分析方法提出了挑战，使得创新成为必然。比如，本文讨论了自动色谱队列工具的开发，来保证峰出现在合适的位置，最小化人为干扰。

BEUMER GROUP

BEUMER stretch hood® A

有些人认为降低90%  
的能耗需要牺牲设备的  
部分处理能力。  
我们却不这样认为。

一直以来，业界都以“设备创新，与众不同”的设计理念定义业界。以备受BEUMER stretch hood® 冷拉卷套膜包装机为例。在业内，热收缩套膜这种能紧密包裹包装方法仍然非常普遍，而业界却推出了冷拉卷套膜包装系统 BEUMER stretch hood®。该系统不但增加了条件的稳定性，提高了设备处理能力，而且能耗量比传统方式降低10倍，可以节约90%的能耗。因此，在生产能力和环境保护方面能为您带来极大的效益。更多信息，请登录公司网站 [www.beumergroup.com](http://www.beumergroup.com)

MADE DIFFERENT

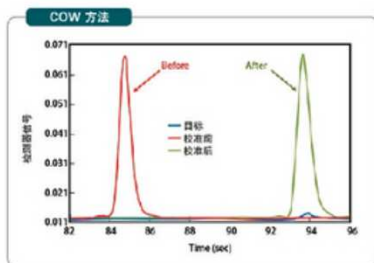


图3.新方法产生了修正的结果，保留时间和目标吻合。

### 挑战

高通量系统的典型特征是单位时间内分析的数量。在这种情况下，分析定义为气相色谱（GC）注射。正如那些对高通量测试技术熟练的人所知道的，进行统计学上有意义的实验，需要多次注射。这个通过组合将多个反应器引入仪表的工艺流程图和每个系统使用的一些分析仪器来实现。分析方法的时长、产物复杂性、要求的测试时长以及预计的测试需求，决定了反应器多路复用到给定的分析仪器的数量和每个系统总的仪器数量。

分析速度是关键参数，并且很多策略都用来减少分析时间。比如，识别的单个组分的数量和峰质量可能被降低以获得筛选速度。（更多详细的分析可以用选择的样品在中级或者中试测试中进行。）甚至为了提高速度，可以牺牲一点分辨率，但是分析的重复性必须保持很高水平。由于一些反应器都用一个仪器测试，注射到注射的变化一定要保持比测试样品材料的性能变化要小。同样，多个仪器分析结果必须一致。

为了最大化分析速度，仪器通常被设定到其性能极限。在柱子的炉温 and 压力有小的变化，比如说由于很短的平衡时间，导致小规模的峰保留时间发生变化。那样的话，方法的时间通常被压缩，峰之间很近，通常分辨率不好，色谱图看起来像“峰的森林”，有很长的延滞，不恢复到基线（图2）。实际的进料和产品可能没有内部标准，一些峰可能不会总出现（在换和低转化率条件下），因此标准自动峰-窗口-时间调整在积分时失败。经常出现的挑战是在峰的森林中有一个峰是催化剂性能衡量的关键峰。峰保留技术、峰值时间变化以及从峰簇中选出关键峰等组合起来常常会出现峰归属误差。因为高通量测试系统可能会每天产生大量色谱图，一个小的误差率需要很多运行后操作时间来人工积分。如果误差率高，再处理时间会超过原始阵列时间，有效减少总体通量。如果分析误差没有人工校正，关键性能质量的变化增加，降低了筛选阵列的统计能力和在测试材料中的区分能力。

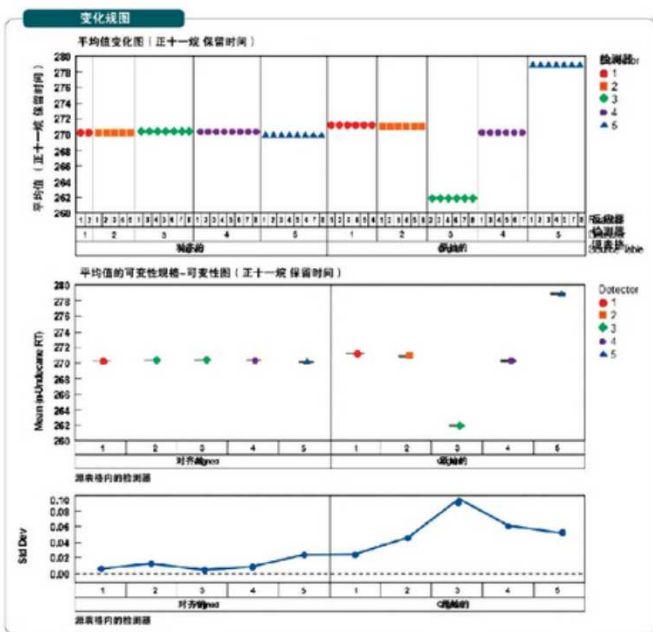


图4.软件对齐结果显示比原始结果有明显更低的可变性。

### 色谱队列

色谱分析过程中转换保留时间有很多解决方法。我们过去几年的工作致力于开发更先进的平台用于催化剂测试的组合，UOP和SINTEF已经用Informetrix转变成LineUp。这个软件采用多变量关联方法，为人熟知的COW方法[1]，用来调整色谱保留时间轴，使其更接近目标。

图3是用LineUp的过程示意图。这个软件由一个目标文件和源文件组成；它会输出一个新的文件，文件中的保留时间和目标匹配。用户可以调



高效的  
过程控制

SpectroBAY®

KROHNE

measure the facts

### SpectroBAY® - 在线红外光谱测量系统 生产过程中的眼睛

- 高效工艺的幕后英雄，实时了解反应过程进行到何种程度，不必再担心错过最佳反应控制
- 德国拜耳专利，高效的在线过程分析技术，拜耳公司高品质化工产品有赖于此
- 有400个测量点成功应用，测量有机化学成份等
- 强大的拜耳技术支持团队，保证分析测量系统的完美应用
- 应用领域：批次反应终点、连续反应实时过程控制



更多信息，请联系 科隆测量仪器(上海)有限公司  
电话：021-3339 7222，网址：[www.krohnechina.com](http://www.krohnechina.com)



## 参考文献

1. Nielsen, N-P. V., Carstensen, J. M. and Smedsgaard, J., "Aligning of Single and Multiple Wavelength Chromatographic Profiles for Chemometric Data Analysis Using Correlation Optimised Warping," J. Chromatogr. A, Vol. 805, pp.17-35 (1998).
2. "LineUp User Guide," V. 3.5.0, Infomatrix, Bothell, Wash. (September 2012).

节一些参数来优化对准。比如，“对准范围”能限制色谱图哪个部分需要调整。在过程集中的情况下，这显然会使对准更快，避免部分色谱图没有和目标相似的峰或者痕迹。有关调节LineUp过程的描述可参考文献[1]，以及软件手册[2]。我们已经用从Scientific Softwar (2005年安捷伦收购)获得的色谱分析软件平台EZChrom Elite用这种方法成功进行了示范，并用了很多年。这个系统有一个ActiveX自动化界面，在GC分析的所有地方都给出程序设计师接口和控制；该软件也有很多供应商的色谱驱动。

我们很多组合测试系统，实现了几台气相色谱处理从很多反应器来的分析，通过在一个可接受的时间内，用几个流动选择阀门对反应器取样。峰对于催化性能评估和关键度量的计算很重要——比如转化率、选择性和产率——必须在每一个色谱图中都正确识别出来。所有仪器、检测器和反应器的数据都是一致是基本要求；我们已经对自定义色谱校准用于高通量测试进行了功效示范。

图4为变化视图，说明了保留时间的压缩，比较了用新软件处理前后的数据。十一烷组分的峰以前在高通量测试过程中使用标准软件分析，没有进行校准，一直都有问题。它经常和异构化产物峰群缠绕在一块。保留时间压缩产生更一致的

和正确的峰识别，这在复杂色谱图中一直很难区分。图4中的趋势图表明极大的提高了检测器-检测器保留时间可变性，因此成功展示了多检测器功能。

此外，这些数据的另外一种排列改进了反应器-反应器保留时间在单个检测器通道内的可变性，在对齐部分的较低标准的偏离比原始部分已经证明了这一点。即便是非常轻微的峰保留时间的位移，都会导致识别错误。在高通量测试系统中，反应器-反应器保留时间压缩，对于峰识别的一致性很关键。这些数据进一步支持调整程序的功效，在一个多反应器、多检测器系统中，通过收缩保留时间来获得更可靠的峰识别和融合。

## 强大的工具

高通量测试会产生巨量数据，下一代控制软件开发要能够在线处理色谱图保留时间校准，并且提供有效的实时自动化解决方案，来进行再处理。特别是对产物复杂的物流，产生几百个峰和压缩次数。在复杂色谱图中，与催化性能直接相关的峰穿过多重仪器和检测器都能被正确识别。概念的证明展示出我们方法的效用，能够准确解决复杂的色谱图。这样，就极大减少了人工再处理数据，提高了测试效率和数据质量。

## 优化离心泵系统效率

## Optimize Centrifugal Pump System Efficiency

采取措施减少能耗，降低维修成本提高过程控制。

By Robert Lax, ITT PRO Services, and Mike Pemberton, ITT Goulds Pumps/Plant Performance Services

很多化工厂都在努力提高能效。企业部在采用能源管理软件、在整个工厂安装传感器来降低电费，甚至改变操作时间，少用高峰电，避免高电费账单。其中一个最好的方法是改进电机驱动的泵。

化工厂的泵比其他转动设备消耗的能源更多。比起其他转动设备，泵的维修和操作的开销高出50%，这个数据来源于Five Twelve集团的一项研究。泵数量巨大的公司认识到这个高能耗成本以及可靠性和过程控制的影响。然而，很多企业都单独看这些因素，实际上都是紧密相关的。

美国能源部的工业技术计划 (ITP) 最近的关于电机效率技术的报告包含了对市场细分和工业的能源利用和节能潜力的一个深入分析。报告认定，离心泵是最大的电机能源消耗户 (图1)。另外，厂内几乎所有转动设备，过程泵的节能潜力最大。

一项独立的芬兰研究中心的离心泵性能

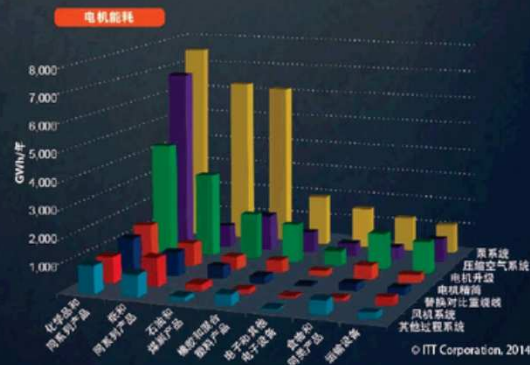


图1. 工厂的泵比其他任何类型的转动设备消耗的电机能量都高。来源:美国能源部工业技术计划