

キューリポイントハイロライザ JHP-22型の 構成と最近の話題

日本分析工業株式会社
大栗 直毅

- 1) キューリポイントハイロライザ (CCP) の御使用状況 Table-1 は今年3月時点よりさかのほり、弊社製のハイロライザ700台の販売先を業種別に調査したものです。本機の発売当初はプラスチック業界にしか売れなかった商品ですが最近では高度技術化社会に対応して各業界の材料分析に不可欠な商品となって来ております。又犯罪化学分析にも普及していることなどが最近の傾向です。

Table 1 日本におけるキューリポイントハイロライザの業種別使用状況

| 業 種 | 販売台数 | 割合 (%) |
|--------------|------|--------|
| 1) 化学工業 | | |
| 1 プラスチック | 188 | 26.8 |
| 2 化学薬品 | 48 | 6.8 |
| 3 塗料 インキ類 | 29 | 4.1 |
| 4 繊維関係 | 26 | 3.7 |
| 5 コム関係 | 23 | 3.2 |
| 6 タイヤ関係 | 20 | 2.8 |
| 7 石油化学系 | 18 | 2.5 |
| 8 磁気テープ フィルム | 18 | 2.5 |
| 9 化粧品関係 | 15 | 2.1 |
| 10 製紙関連業種 | 14 | 2.0 |
| 合計 | 399台 | 57.0% |
| 2) 機械工業 | | |
| 1 自動車 | 31 | 4.4 |
| 2 自動車用部品 | 23 | 3.2 |
| 3 コピー機械 | 19 | 2.7 |
| 合計 | 73台 | 10.4% |
| 3) 電子工業 | 51台 | 7.2% |
| 4) 政府機関 | 46台 | 6.5% |
| 5) 大学 | 39台 | 5.5% |
| 6) 警察関係研究機関 | 21台 | 3.0% |
| 7) 電線電纜 | 13台 | 1.8% |
| 8) 金属工業 | 11台 | 1.5% |
| 9) 医薬品工業 | 7台 | 1.0% |
| 10) 分析機器工業 | 6台 | 0.8% |
| 11) その他 | 34台 | 4.8% |

2) キューリーポイントハイロライザ (CPP) の原理

キューリー点とは、20世紀の初め P Curie によって発見された一種の物理常数である。

すなわち鉄、コバルト、ニッケル等の強磁性体を加熱するとその強磁性が消失して常磁性体になる温度を、キューリー点又は、キューリー点温度とよんでいる。

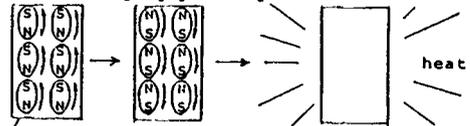
Fig-1 は当社の CPP を使用してハイロオイルを加熱している様子を表している。

ハイロオイルは高周波によって誘導加熱され、無数の磁気領域が発生し、電流の極の変化に伴ってその磁気領域同士の磁気摩擦が起る為、ハイロオイルは急激に温度上昇する。ところが、ハイロオイルがキューリー点まで加熱されると透磁率の急激な変化が起る為、誘導加熱を続けてもハイロオイルの温度はキューリー点で一定に保たれる。

Fig-2 は強磁性体の組成によって、種々のキューリー点温度のハイロオイルを作成することが可能であることを表している。当社では、現在20種類のハイロオイルを開発し、販売している。

RF current case

If the polarity of the coil is changed rapidly hysteresis heat is generated in the ferrous material due to the friction of the changing polarity



Ferrous material (Pyrofoil)

Self-heating will cause the ferrous material to very rapidly reach a Curie Temp at which it will lose its magnetism

Fig -1 Principle of Curie point heating

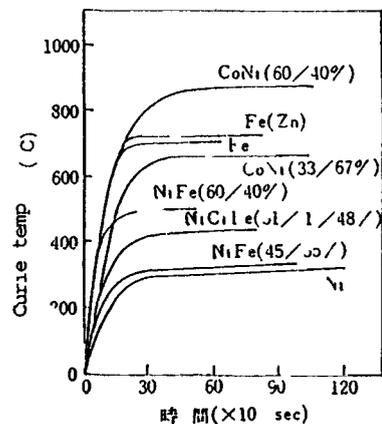


Fig -2 Curie temp vs ferromagnetic alloy on curie point pyrolyser

3) JHP-22型の構成及び仕様

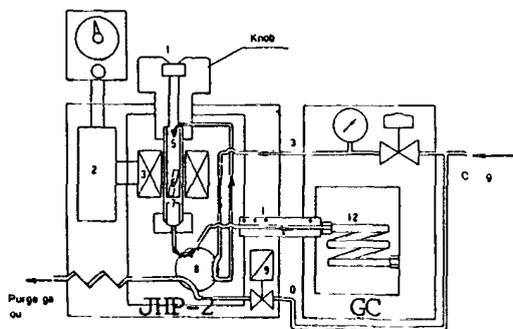
基本的には旧モデルのJHP-2型と同一ですが下記の点が変わっています。

| 変更箇所 | JHP-2型 | JHP-22型 |
|-----------------|--------------------------|--------------------------|
| 保温ハイクの取付け箇所 | 裏面 | 上面 |
| 保温ハイクの長さ | 0.8m | 0.7m |
| 保温ハイクの設定温度 | 室温~200°C | 室温~300°C |
| 保温ハイクの温度制御と温度表示 | 可変電圧器で設定 パネルメータ表示 | PID電子温調 テントル表示 |
| 恒温槽の温度制御と温度表示 | ハイメタル制御 パネルメータ表示 | PID電子温調 テントル表示 |
| 高周波出力 | 150W | 48W |
| タイマ | 外付き | 内蔵 |
| 寸法 | 400(W)x290(H) x340(D) | 300(W)x190(H) x465(D) |
| 重量 | 23.5kg | 18.0kg |

4) JHP-2, -22型とJHP-3型の相違について

Fig-3, Fig-4はJHP-2型及びJHP-3型の熱分解部の断面図を示している。それぞれの主な仕様及び仕様書に表わされていない相違点をFig-5に記載した。

1-limonene (dipentene)は天然コムを熱分解分析をする場合のkeyになるピークであるか、JHP-2型を使用した場合このピークより以前にでる全てのピークについて再現性のよいハイロケラムを得ることかてきる。



1 Timer 2 Oscillator 3 R F Coil 4 SEPTU
5 Sample tube 6 Pyrocoil 7 Quartz tube 8 Valve
9 Purge valve 10 Purge gas inlet 11 Transfer tube
12 GC Column 13 Carrier gas inlet 13 Injection port
for identification

Fig -3 Flow diagram of JHP-2, -22

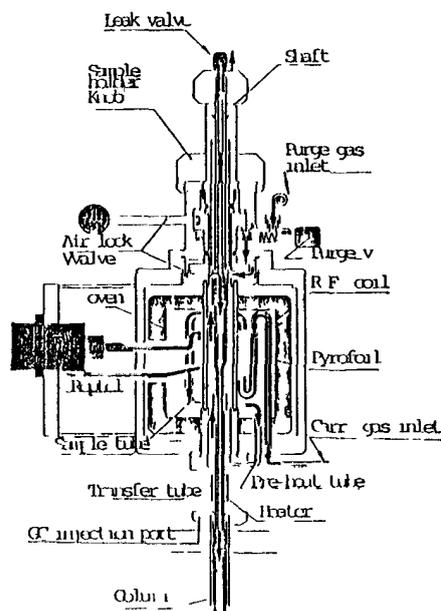


Fig -4 Cross section of model JHP-3

| | Sold | Max oven temp | Length of transfer tube | 6 port valve | Airlock valve |
|-----------------------|---|----------------|-------------------------------|--------------|---------------|
| Model JHP 2 JHP-22 | 600 pcs | 170 C 200 C | 1000mm (Max 250 C) | installed | none |
| Model JHP 3 | 200 pcs | 300 C | 80mm (Max 300 C) | none | installed |
| | Can be connected with | Styrene dimer | Area of good reproductibility | Price | |
| Model JHP 2 | Any GC | Unstable | Below styrene dimer | ¥1 180 000 - | |
| Model JHP-3 | GC which has injection port of desk top style | Stable | Below styrene trimer | ¥2 500 000 - | |

Fig -5 Difference between model JHP-2 and model JHP-3

4) - 2 覚醒剤を分析した場合の相違点

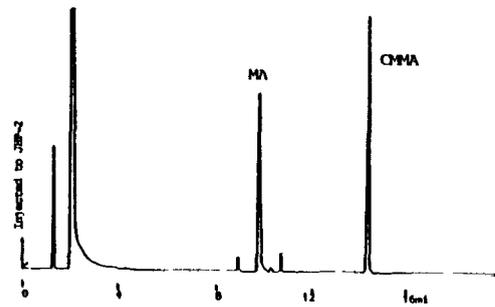
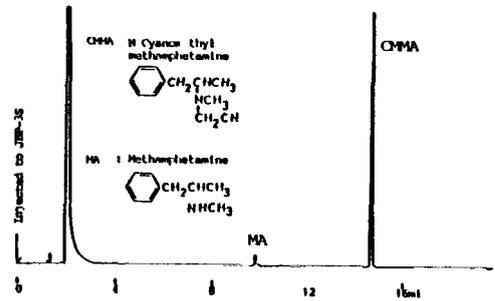
N-Cyanomethyl methamphetamine (OMMA) は強い幻覚作用を示す物質であるが、容易にOyanomethyl基はなれmethamphetamine (MA, ヒロオン) となる。

Fig-7 は JHP-2 型及び JHP-3S 型のオープン温度、トランスファーチューブの温度を共に 170 °C に設定して OMMA 溶液を同定用の注入口よりマイクロリノンによって注入することによって得られたクロマトグラムである。

(テータ御提供 埼玉県警 科学捜査研究所)

ノイロライザのオープン内で気化した OMMA が途中で一部分解され MA が生成されたことを示している。

JHP-3S 型の場合はほとんど MA が生成しないのに対して JHP-2 型は、多量の MA を生成している。このことは、JHP-3S 型は熱分解からカラムの入口に至るノイロライザの長さか JHP-2 型に較べ短いこと及びその材質か JHP-3S 型は石英と硝子でできているのに対し JHP-2 型はステンレスであることが原因しているものと思われる。



Chromatogram of sample which was injected to the injection port of the detector.
 Injection amount: 10µg, Column: LB 1 30m 0.32mm
 Column Temp: 60°C, 230°C, 5°C/min, Gas flow: 25 ml/min
 Analysis: JHP-2 as JHP-3S see above temp: 17°C

Fig. 7 Difference of chromatograms between JHP-3S and JHP-2

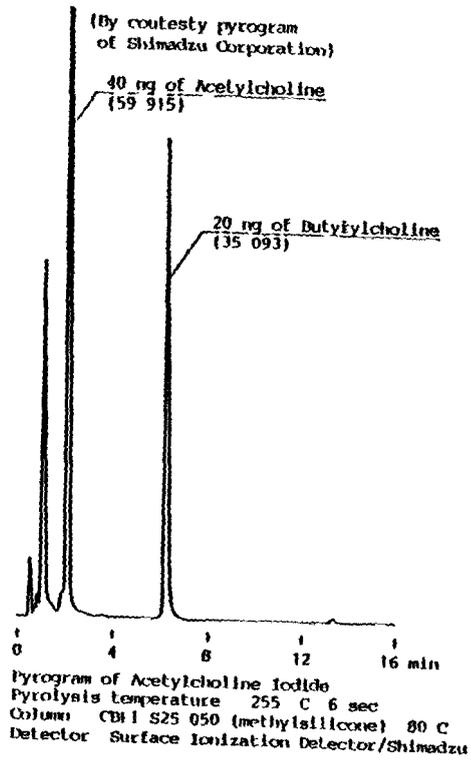


Fig 8-1

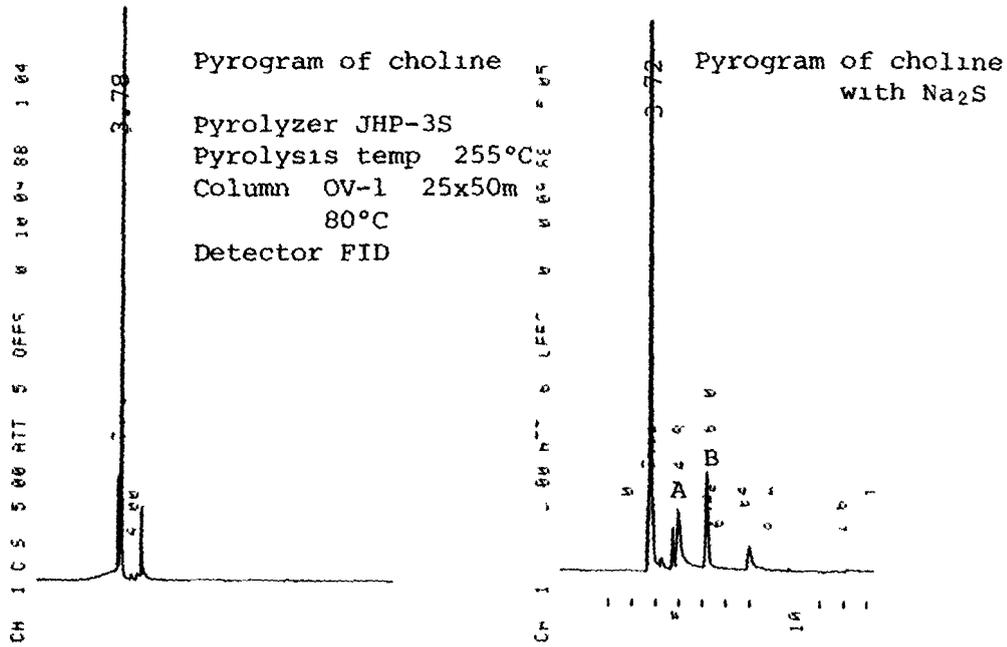


Fig 8-2

6) キューリーポイント方式ヘントスヘース分析装置

弊社と慶応大学白井研究室とでキューリーポイント方式を採用したヘントスヘース分析装置 (Fig-9) を開発中である。

図中5は高周波を発生する発振コイルである。
 吸着管10は、内径0.5mmのキャピラリーでその外側をP235のハイロオイル(9)によって包まれている。

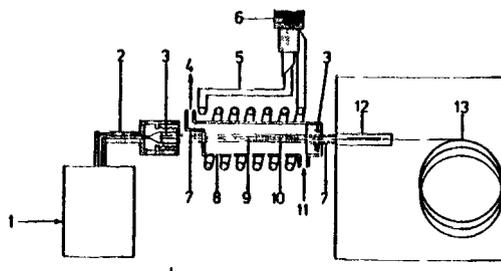


Fig 9 Schematic diagram of curie point desorption device
 1 gas inlet 2 ribbon heater 3 septum coil 4 induction coil 5 induction coil 6 valve 7 heating element 8 coil 9 liquid jacket 10 capillary adsorption tube 11 trap 12 injection port 13 outlet

6

そのハイロオイルの外側を液体窒素を11より流すことによって常に低温に保たれている。
 試料は1の部分よりキャリアーガスによって連続的2、3、7を經由して吸着管に至るとトラップされる。試料をトラップ後キューリーポイント方式により急速加熱することによってトラップされた試料をいっきにGOへ送り込むことによって試料の組成を分析する装置である。

Fig-10は本装置を使用して低分子の芳香族及び脂肪族化合物(試薬を混合)を190°Cで10分間吸着管に導入したのち、吸着管を加熱して得られたクロマトグラムである。
 ヘンセンよりもより低沸点試料をトラップするにはテナックス等を充てんした吸着管を使用することか望まれる

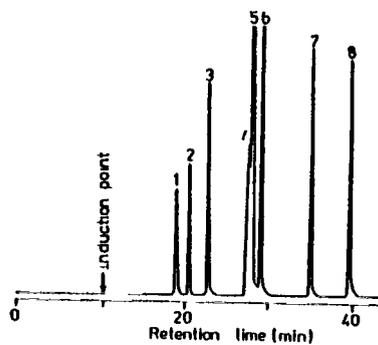


Fig 10 Chromatogram of volatile compounds by Curie point desorption device
 1 benzene 2 C7 3 C10 4 styrene 5 p-xylene
 6 m-xylene 7 C10 8 C11
 Column OV 101 i.d. 0.32mm x 30m