



JHP-5 (上) / JCR-500 (下)

キューリーポイントパイロライザーと触媒反応装置の組み合わせによる触媒反応分析

Keyword:

トリグリセリドの芳香族化、オレフィンの還元化

緒言

一般的な熱分解分析法としては、熱分解装置をガスクロマトグラフ-質量分析計 (GC-MS) に直接接続して熱分解クロマトグラムが得られるが、熱分解装置と GC 注入口の間に「触媒反応装置」を取り付ければ、熱分解生成物をオンラインで反応させることができる。また、得られたクロマトグラムを検証することで、触媒自体の性能評価としての活用も期待できる。

本報では、「触媒反応装置」の有無によるクロマトグラムの変化に着目し、生成物の定性・定量分析を行った。

実験

試料 : ゴマ油

使用機器 : キューリーポイントパイロライザー JHP-5、触媒反応装置 JCR-500、GC/MS

※本分析に供した JHP-5 と JCR-500 の断面図を Fig. 1 に示す。

■ ゴマ油の熱分解-GC 分析

本機で熱分解-GC 分析を行うには、JCR-500 に空の反応管を設置して分析を行う。

流路の保温の為、JCR-500 の設定温度は 300 °C とした。

試料は 590 °C のパイロヒールに包み込み、JHP-5 にセットして熱分解を行った。

■ ゴマ油の反応生成物分析

本機で反応生成物の分析を行う時の手順を示す。

- ① 目的に合った触媒を反応管 (Reaction tube) に充填する。
- ② 反応管の温度を調整する。
- ③ 流量調整器 (FWC-2) を用いて反応管の通過速度を調整し、GC の流路に反応生成物を導入する。

この一連の操作を行うことによって、反応生成物の定性・定量分析を行うことができる。

本実験では、ゴマ油を 590 °C のパイロヒールに包み込み、JHP-5 にセットして熱分解を行った。

反応管 (内径 4 mm) の中央部には、市販のゼオライト (ペレット) を長さ 50 mm 充填し、その両端にガラスワールを詰めて固定した。

反応管の設定温度は 500 °C として分析を行った。

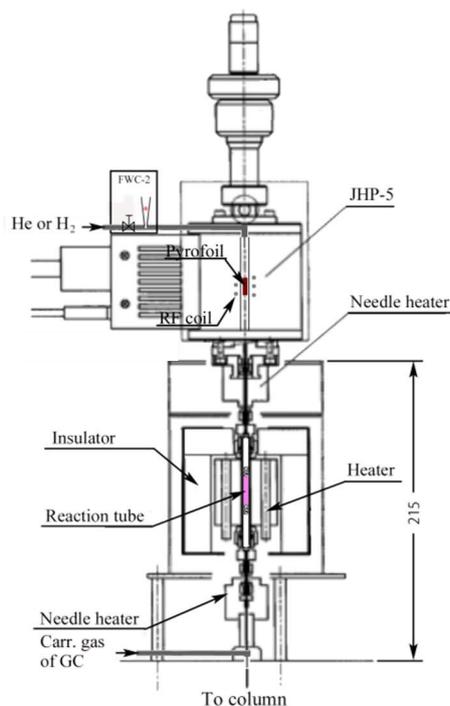


Fig.1 JHP-5 (上) と JCR-500 (下) の断面図

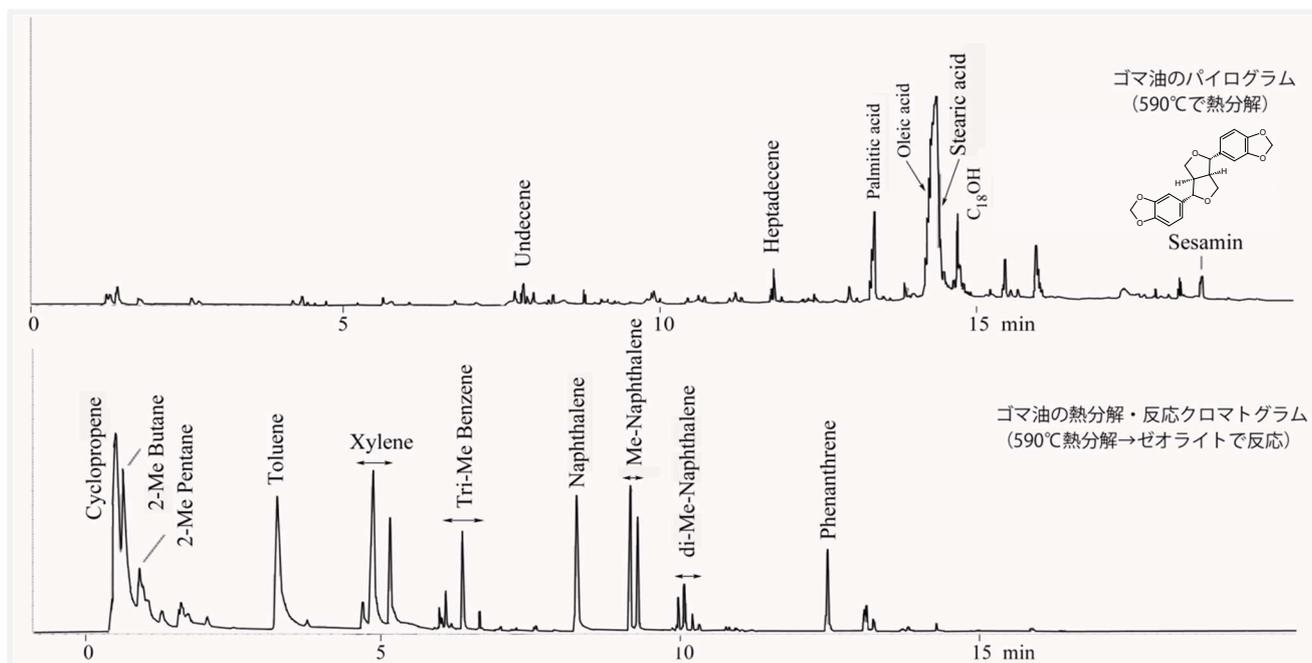


Fig. 2 ゴマ油のピログラム(上)と同反応生成物のクロマトグラム(下)

結果・結論

Fig. 2 (上) の熱分解-GC 分析のピログラムでは、ゴマ油特有のステアリン酸、オレイン酸などの C₁₈ 化合物、パルミチン酸などの C₁₆ の他、近年、肝臓の活性酸素を取り除く効果があるとされるセサミンが検出されている。

一方、Fig. 2 (下) の反応生成物のクロマトグラムには、それらのピークは検出されておらず、代わりに低沸点の芳香族化合物が多く検出された。熱分解による生成物が反応炉で触媒と反応することで、化学構造的にはパラフィンやオレフィン化合物が消滅して、トルエンやキシレンなどの芳香族化合物に化学変化していることが判明した。

備考

触媒反応の条件である反応温度は、反応管の温度を最高 700 °C まで、1 °C ステップで設定可能。また、流量調整器 (FWC-2) を調整することで反応ガスの種類及び反応生成物の導入速度を調整することができる。

Fig. 2 (下) のクロマトグラムは、使用カラムは DB-5MS (0.25 mm × 30 m) によって精密分離したものであるが、ハイブリッドパイロライザー JHI-08 のシステムを用いることで、反応生成物をリアルタイムで観察することも可能となる。

触媒反応装置 JCR-500			
温度制御範囲	40 ~ 700 °C (1 °Cステップ)	流量調節 (FWC-2)	3流路 (例: H ₂ , He, Air) 選択可
触媒反応管	1/4 inch o.d. × 4 mm i.d.	コントローラ	温度制御等
温度制御	恒温	寸法 / 重量	JCR-5: 100(W) × 215(H) × 110(D) mm / 4 Kg FWC-2: 100(W) × 215(H) × 110(D) mm / 2 Kg
ニードルヒーター温度	40 ~ 350 °C (1 °Cステップ)	電源	100 V, 8 A 又は 220 V, 4A

本法の詳細につきましては、当社までお問い合わせください。