

Rapid Catalyst Screening Reactors

小型迅速触媒評価システム

触媒の迅速評価

高性能で高信頼

あらゆる形態の試料分析



**タンデム μ -リアクター
Rx-3050TR**

**シングル μ -リアクター
Rx-3050SR**

製品概要

2種類の小型迅速触媒評価装置(タンデム μ -リアクター、シングル μ -リアクター)は、研究室で調製した触媒の性能を迅速に評価することを目的として開発されました。

本装置は、ガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)に直結して使用することで、試料と触媒の気相接触反応による生成物の変化をリアルタイムに観測することができます。また、急速な昇温・冷却機能を備え、触媒を充填した触媒

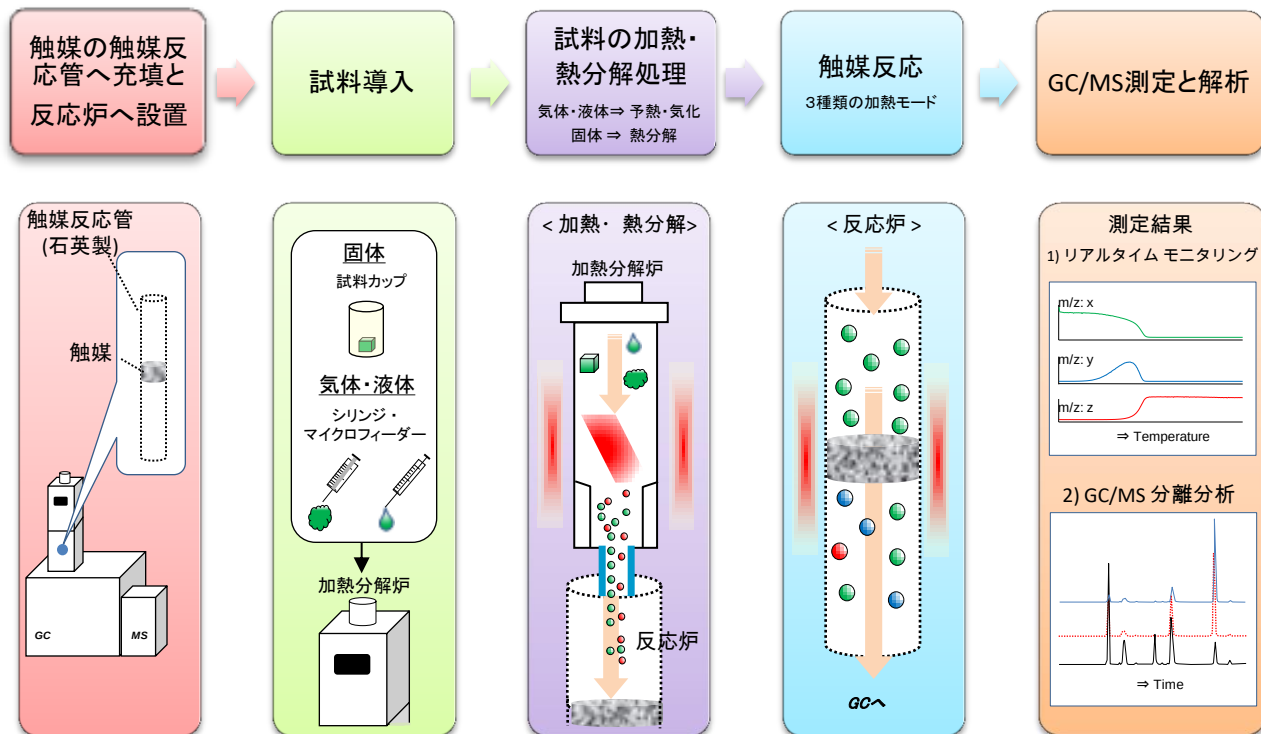
反応管の交換が数分以内に可能であるため、触媒評価の効率が大幅に向上します。

3種類から選択した反応ガスを、簡便に切替える流路切換えユニットも標準で付属します。さらに、選択的試料導入装置とマイクロジェット・クライオトラップのオプションを追加することで、最大8つの温度画分における生成物の自動分析が可能です。

質量分析計(MS)を検出器として使用する迅速触媒評価法の概略

始めに、触媒を充填した触媒反応管を反応炉へ取り付けます。次に、試料を装置上部から導入します。タンデム μ -リアクターの場合、独立に温度制御できる加熱分解炉と反応炉が直列に接続されているため、加熱分解炉において気体の予熱、液体の気化、あるいは固体の熱分解によるガス化が可能です。

試料ガスは、キャリアガスにより速やかに反応炉内の触媒反応管へ導入され、触媒反応による生成物はGCへ導入されます。その後、リアルタイムモニタリング、あるいは分離分析による結果から触媒の性能を評価します。



迅速触媒評価が可能なシステム

小型触媒反応炉の特長

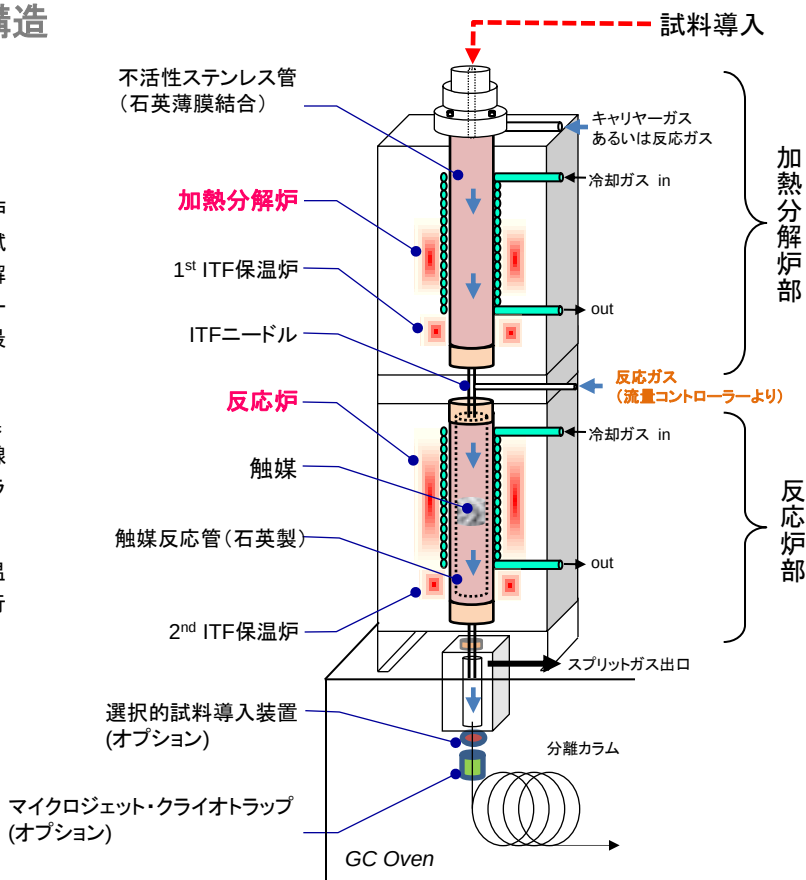
1. 加熱炉・反応炉の内部構造

＜タンデム μ -リアクター＞

タンデム μ -リアクターは、直結された加熱分解炉と反応炉から構成され、加熱分解炉部は気体試料の予熱、液体試料の気化、固体試料の熱分解のために使用します。各炉の間は、インターフェース(ITF)保温炉を設けて、温度の谷間を最小限にしました。

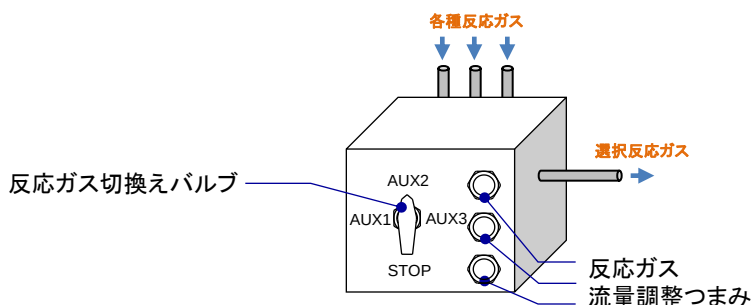
反応炉に取り付ける触媒反応管は、容易に交換が可能です。この反応管の温度は、恒温と直線昇温およびステップ昇温の3種類の温度プログラムによる制御が可能です。

各温度や付属装置の制御の設定および実測温度のモニターなどは、PCのソフトウェアにより行います。



反応ガスの流量調節

使用する反応ガスは、反応炉コントローラーに内蔵された反応ガス切換えバルブにより、接続されている3種類の反応ガスから選択することができます。各々のガス流量は、マスフローコントローラーにより制御されます。



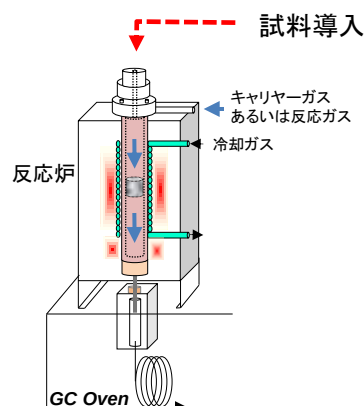
反応炉ガスコントローラー

＜シングル μ -リアクター＞

シングル μ -リアクターの反応炉は、タンデム μ -リアクターの反応炉とほぼ同じ構造で、触媒反応管は容易に交換が可能です。

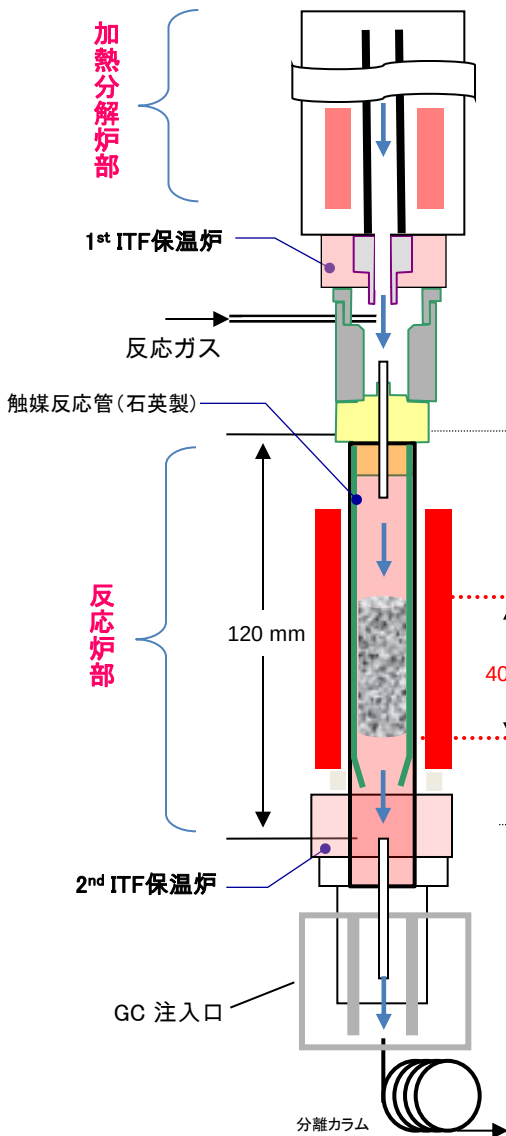
恒温と直線昇温およびステップ昇温の3種類の温度制御が可能です。温度および付属装置制御の設定はPCのソフトウェアにより行う点や、反応ガスの制御方法も同様です。

また、タンデム μ -リアクターと同様のオプションを利用できます。

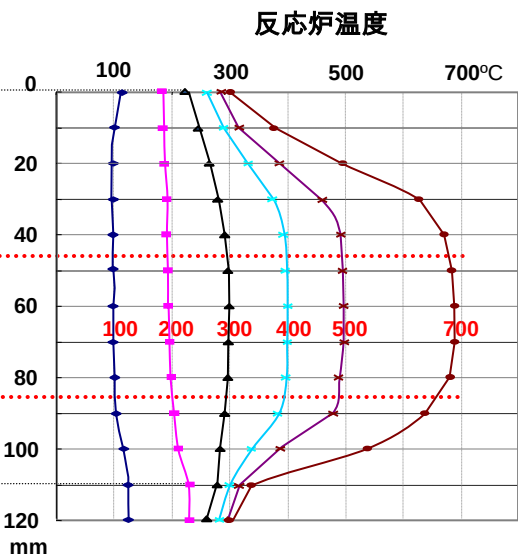


小型触媒反応炉の特長

2. 反応炉部の温度偏差を最小にする高精度な温度制御

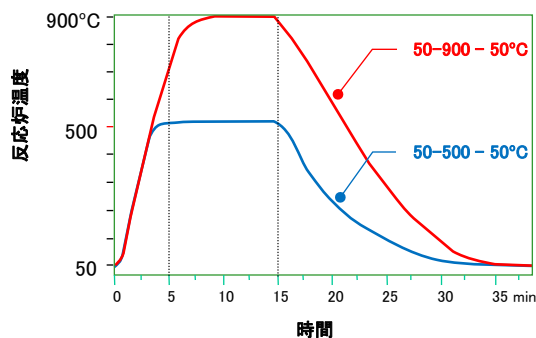


下図は、反応炉部に挿入された触媒反応管の温度を100℃から700℃まで設定した場合の縦方向における温度分布とその温度制御状態を示しています。40 mm長の触媒充填幅における温度制御は±0.1℃内で行われ、この間の最大温度偏差は400℃で約3℃です。また各反応炉の温度は、外部温度センサーを挿入して、補正することも可能です。



精密温度制御状態			
100℃	250℃	400℃	
			↕ 0.5℃

3. 急速昇温/迅速冷却機能の採用



左図は、反応炉を50℃から500℃と900℃へ急速昇温加熱し、約10分保持した後に冷却した時の温度プロフィールです。500℃までは5分以内に到達し、500℃から50℃までの冷却時間は15分程度です。この迅速な加熱・冷却機能により、触媒評価終了後の触媒反応管の交換をスムーズに行うことができます。

小型触媒反応炉の特長

4. 着脱容易な触媒反応管の構造

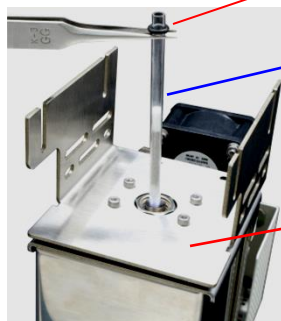
触媒反応管の交換法

触媒反応管は、反応炉の上部からピンセットで引き上げて交換します。特別な工具が不要であるため、交換は非常に容易です。右図のように、タンデム型では上部の加熱分解炉を外して交換し、また、シングル型では試料導入時に装着する液体サンプラーを緩めて交換します。

液体サンプラー
(シリンジ注入)



タンデム μ -リアクター



シングル μ -リアクター



オーリング

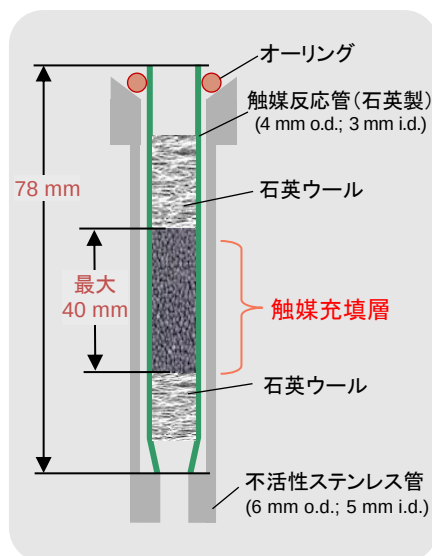
触媒反応管
(石英製)

反応炉部

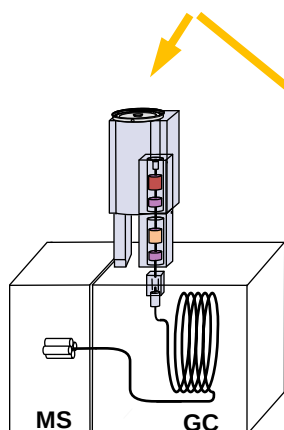
触媒反応管の充填

右図は、反応炉の不活性ステンレス管中に触媒反応管を挿入した状態です。触媒反応管に触媒を充填し、その両端を石英ウールで挟みます。

触媒反応管(内径 3 mm、外径 4 mm、長さ 78 mm)に触媒を右図のように充填します。触媒はあらかじめ 20~60 メッシュ程度に揃えたものを用います。充填する触媒の量が多い場合は、不活性ステンレス管に直接、触媒を充填して使用することも可能です。



オートショット・サンプラー (オプション)



オートショット・サンプラーを用いることにより、固体試料の自動分析が可能です。左図は、タンデム μ -リアクターにオートショット・サンプラーを取り付けた場合の装置外観です(外カバーを外した状態)。

タンデム
 μ -リアクター

コントロールソフトウェア

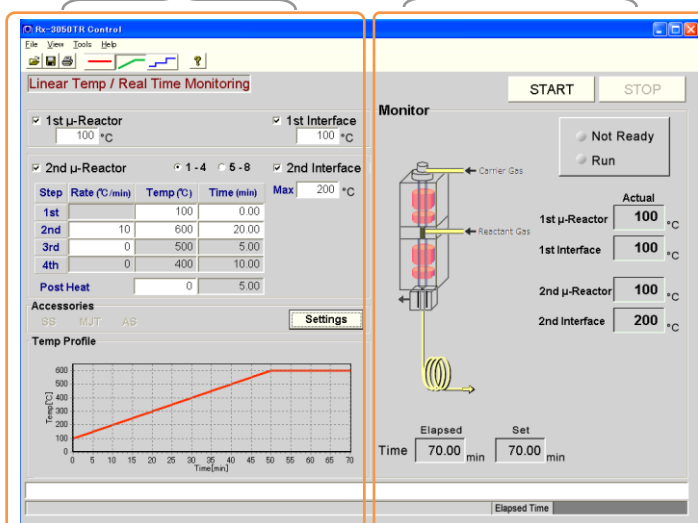
※ 以下は加熱分解炉部を恒温で用いた場合の画像です。

反応炉の分析条件設定

画面左側で、各炉の温度条件と周辺装置の設定を行います。複数の周辺装置が複雑に連動する分析も、条件の設定を簡単に行うことができます。画面右側で、各装置の動作状況をモニターします。

分析条件の設定

動作状態のモニター



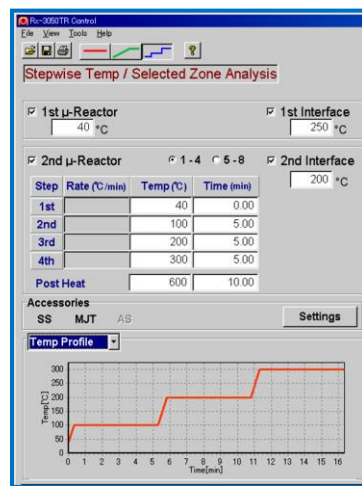
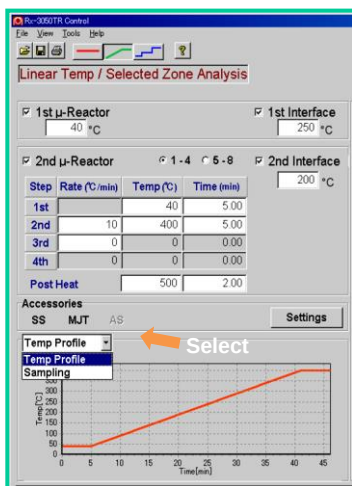
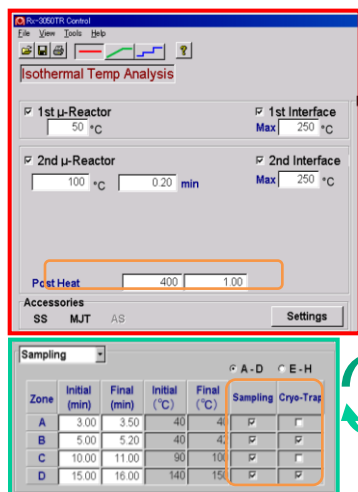
3つの温度制御

反応炉の温度制御は次の3種類のモードから選択できます。①の恒温モードでは、触媒微細孔中の反応生成物を加熱脱着させる時に使用するPost Heat機能があります。②と③の昇温モードでは、最大8段階の昇温設定ができます。また、オプションの選択的試料導入装置とマイクロジェット・クライオトラップを併用することで、最大8つの温度画分を自動的に分析することができます。

①恒温モード

②直線昇温モード

③ステップ昇温モード



“Sampling”と“Cryo-Trap”項目のチェックボックスは、各ゾーンの選択と低沸点化合物のトラップ動作の選択を意味します。

分析法の迅速切換え

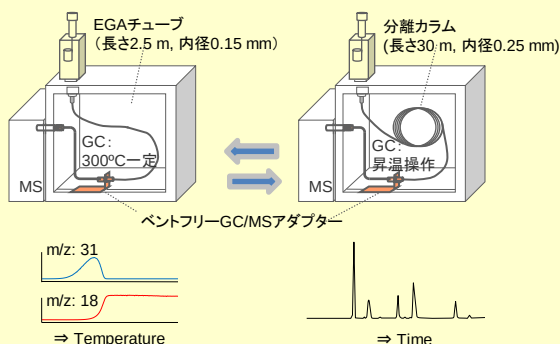
リアルタイムモニタリング分析からGCカラムを用いた分離分析へ切換える場合には、触媒反応炉とMSとの間に分離カラムを装着します。

標準付属品のベントフリーGC/MSアダプターの使用により、MSの真空を大気開放せずに数分でカラムを交換できます。

EGAチューブと分離カラムの迅速交換法

・リアルタイムモニタリング分析

・分離分析

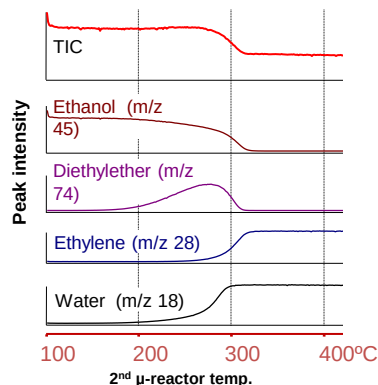


応用例 1 “エタノールのH-ZSM-5による触媒反応の生成物を分析した例”

リアルタイムモニタリング分析

“直線昇温モード”

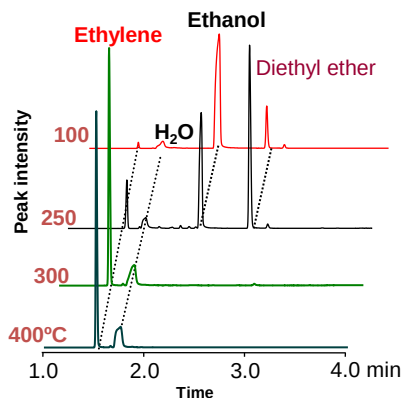
加熱分解炉: 100°C,
反応炉: 100 - 400°C (20 °C/min)
触媒: H-ZSM-5



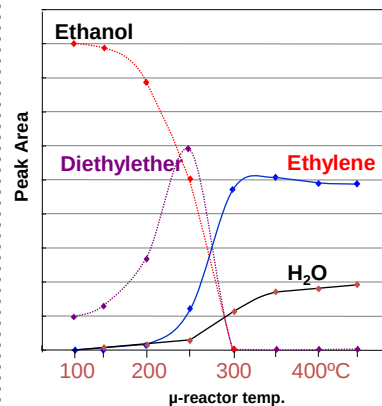
特定温度画分の分離分析

“ステップ昇温モード”

加熱分解炉: 100°C,
反応炉: 100, 250, 300, 400°C
触媒: H-ZSM-5



反応温度と反応生成物のピーク面積の関係



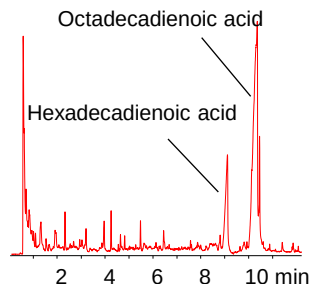
応用例 2 “ジャトロファ油搾りかすの再性可能エネルギーへの変換”

ジャトロファ油搾りかすの熱分解生成物を、ゼオライト系触媒を用いた触媒反応により、より汎用性の高い化学物質へ変換した例です。

加熱分解炉/反応炉温度: 550°C、触媒: ゼオライト系触媒

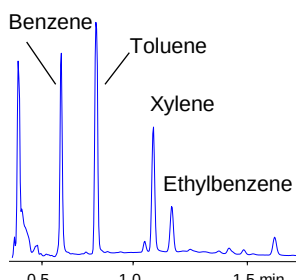
触媒なし

ジャトロファ油搾りかすを微粉末化し、加熱分解炉で瞬間熱分解すると、主成分として、二重結合を2つ持つ炭素数 C_{16} と C_{18} の脂肪酸が生成します。



触媒あり

反応炉にゼオライト系触媒を充填したところ、ジャトロファ油搾りかすの熱分解生成物は、接触反応により、ベンゼンなどの単環状芳香族に変換されました。



*: 試料・触媒: 産総研、エネルギーグループ 村田博士から提供

応用例 3 “触媒の再生条件の検討”

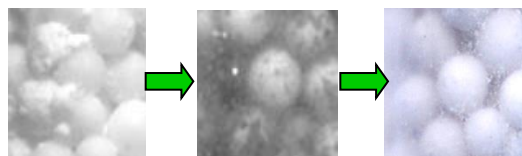
長期間の使用に伴い表面が汚染された触媒を、空気雰囲気中で加熱することにより再生する際の条件検討を行った例です。

反応炉温度: 100→600°C (10°C/min)
触媒: 20% H-ZSM-5, ($SiO_2/Al_2O_3=150$) on Al_2O_3 (20/30 mesh)

使用前

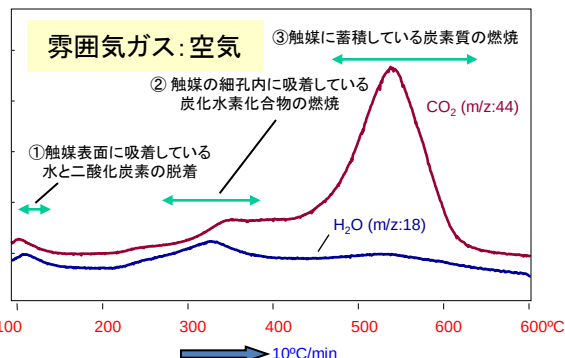
48 h 使用後*

再生後*



3% エタノール含有
He を 50 ml/min、
反応温度: 550°C

下図の条件で
再生した後



製品仕様

		タンデム μ -リアクター Rx-3050TR	シングル μ -リアクター Rx-3050SR
加熱分解炉部			-
温度制御範囲 (冷却用圧縮ガス使用)		40～700℃ (1℃毎、ステンレス製加熱分解管使用) 40～900℃ (1℃毎、石英製加熱分解管使用)	-
ヒーター		円筒型セラミックヒーター (400W)	-
加熱分解管		ステンレス製 (表面不活性化処理済み) 石英製	-
インターフェース 温度制御		40～400℃ (1℃毎、定温制御)	-
反応ガス制御		手動バルブによる3流路切換え、 マスフロー制御機能付き (Max 200 ml/min, 1MPa)	-
反応炉部			
温度制御範囲		40～700℃ (1℃毎、冷却用圧縮ガス使用)	
ヒーター		カートリッジヒーター	
触媒反応管		石英製 (内径 3 mm、外径 4 mm、長さ 78 mm)	
インターフェース 温度制御		40～400℃ (1℃毎、定温制御)	
コントロールソフトウェア			
動作環境		PC (USB接続ポート1基およびCDDドライブが必要)、対応OSはMicrosoft Windows 10、8.1、8、7、Vista および XP	
その他			
分析モード	温度制御	恒温、直線昇温、ステップ昇温モード	
	サンプリング	最大8画分の自動選択 (オプション: 選択的試料導入装置とマイクロジェット・クライオトラップが必要)	
ユーザー準備品		1. Split/Splitless 注入口付きGC/MS 2. 冷却用圧縮ガス (空気あるいは窒素)	
所要電源		AC100 – 120VまたはAC200 – 240V, 50/60 Hz, 最大800W	AC100 – 120VまたはAC200 – 240V, 50/60 Hz, 最大400W
大きさ (WxDxH) / 重量 (kg)		76 x 125 x 260 mm / 1.6 kg 76 x 125 x 90 mm / 1.7 kg 120 x 310 x 310 mm / 4.0 kg 160 x 280 x 150 mm / 6.1 kg	--- 76 x 125 x 260 mm / 1.6 kg 120 x 310 x 310 mm / 4.0 kg 160 x 280 x 150 mm / 6.1 kg
標準付属品		ペントフリーGC/MSアダプター、EGAオンライン分析用金属チューブとGC分離 Ultra ALLOY® キャピラリーカラム、ZSM-5 触媒入り反応管など	

オートショット・サンプラー

タンデム μ -リアクター

シングル μ -リアクター

反応炉ガスコントローラー (標準付属品)

選択的試料導入装置

マイクロ・ジェットクライオトラップ

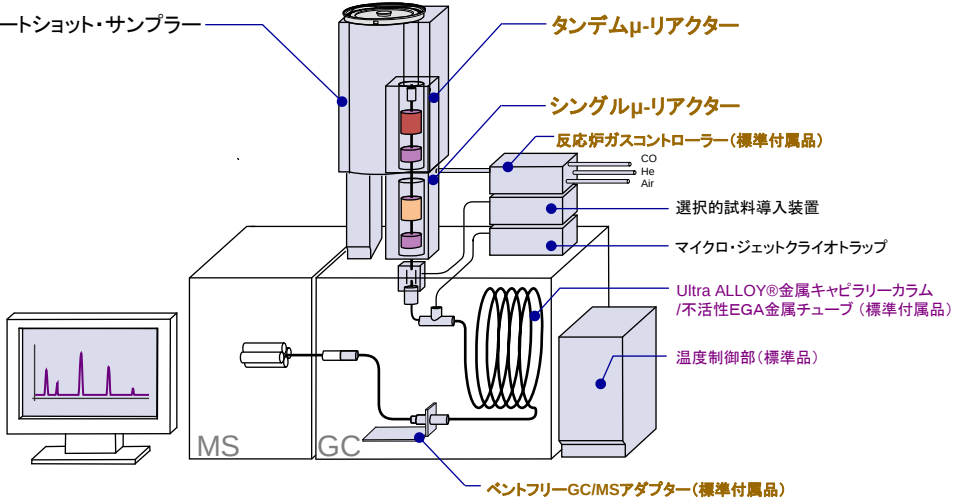
Ultra ALLOY®金属キャピラリーカラム / 不活性EGA金属チューブ (標準付属品)

温度制御部 (標準品)

MS

GC

ペントフリーGC/MSアダプター (標準付属品)



タンデム / シングル μ -リアクターと周辺装置から構成される小型迅速触媒評価 (RSR-GC/MS) システム

 フロンティア・ラボ 株式会社

〒963-8862 福島県郡山市菜根4-16-20
Tel: (024) 935-5100 Fax: (024) 935-5102
<http://www.frontier-lab.com>

8

2018MAY