

“On-lineマイクロ反応サンプラー”

On-lineマイクロ反応サンプラーは、試料と各種反応ガスや試薬を内径 2 mm、長さ 30-35 mmのガラスカプセルに封管後、多機能パイロライザー内にて加熱・亜臨界・超臨界条件下で反応させ、その生成物をオンラインでGC分析する装置です。

特長

● 密閉高圧下における反応生成物の分析が可能

開放系の反応熱分解GC法やPy-GC法では十分な解析が出来なかったポリアミドなども、本装置を用いることで有機アルカリ分解-誘導体化により組成分析が可能です。

● 反応生成物のオンラインGC分析が可能

封管したガラス管内で試料を反応させた後、反応液を取り出すことなく、オンラインで直接GC分離カラムへ生成物を導入する分析が可能です。

● 少量の試料で安全に高圧反応が可能

通常の密閉容器を用いた加熱・加圧下における反応では、安全に配慮した反応装置が必要ですが、本法では、数mg以下の試料とわずかな量の反応試薬を扱うため安全です。

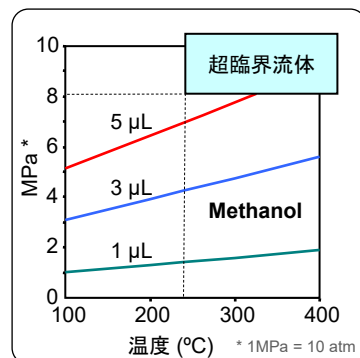


図1. メタノール使用量と反応管内の温度と圧力の関係
* 1MPa = 10 atm

図1は、1, 3, 5 µLのメタノールをガラスカプセル(容量 76 µL)に封管した時の計算で求めた圧力と温度の関係を示します。メタノールは臨界温度(239°C)、臨界圧力(8.1 MPa)以上では超臨界流体となります。超臨界流体は特異な性質を持ち、高温高圧での化学反応に影響を与え、通常の温度と圧力下では得られない結果を得ることができます。

マイクロ反応サンプラーを使用した応用例

ナイロン6,6の反応熱分解への応用例

ナイロンなどのポリアミドは、一般的にPy-GCや通常の反応熱分解GCでは分析が困難なポリマーです。しかし、高温下では有機アルカリによる加水分解や誘導体化反応が容易に進行するため、反応熱分解分析が可能となります。

下図にナイロン6,6の1)瞬間熱分解GC、2)開放系、3)密閉系における反応熱分解GCクロマトグラムを示しました。1)、2)法と比べ、3)の本法は、ナイロン6,6の構造を反映するモノマー情報(ジアミンとアジピン酸エステル)が明確に示されています。

油脂(バター)への反応熱分解の適用例

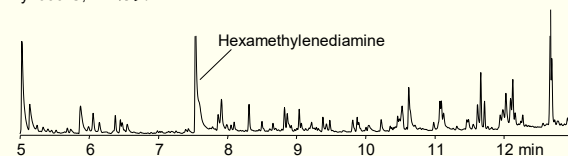
マイクロ反応サンプラーを使用することにより、バイオディーゼル燃料の一般的な原料となる植物油や動物性油脂のメチルエステル化が可能です。

下図1)は350°Cで開放系で反応させた場合、2)は100°Cで本法を用いて反応させた場合です。各脂肪酸メチルの構成割合は同程度ですが、メチル化グリセロールの割合に違いが見られます。

1) 瞬間熱分解

Py: 600°C, エコカップ

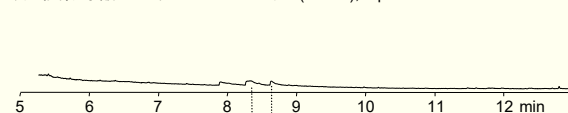
GC: 40→320°C (20 °C/min)
Column: UA5-30M-0.25F



2) 開放系における反応熱分解

Py: 300°C, エコカップ

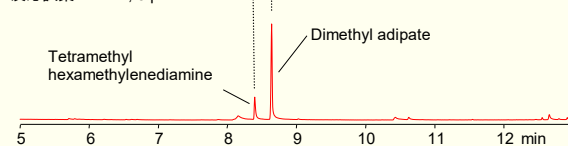
反応試薬: 水酸化テトラメチルアンモニウム(TMAH), 5 µL



3) 密閉系(本法)における反応熱分解

Py: 300°C, 反応時間: 1 hr

反応試薬: TMAH, 5 µL

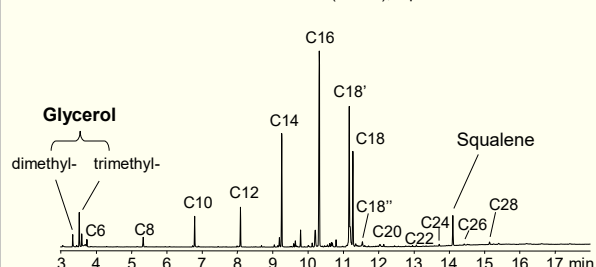


1) 開放系における反応熱分解

Py: 350°C, エコカップ

反応試薬: 水酸化テトラメチルアンモニウム(TMAH), 5 µL

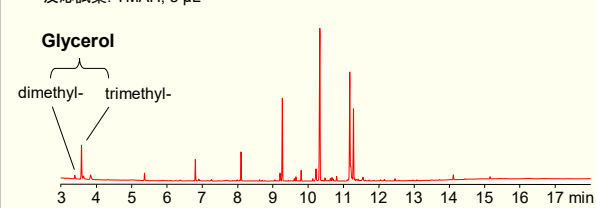
GC: 40→320°C (20 °C/min)
Column: UA5-30M-0.25F



2) 密閉系(本法)における反応熱分解

Py: 100°C, 反応時間: 1 hr

反応試薬: TMAH, 5 µL



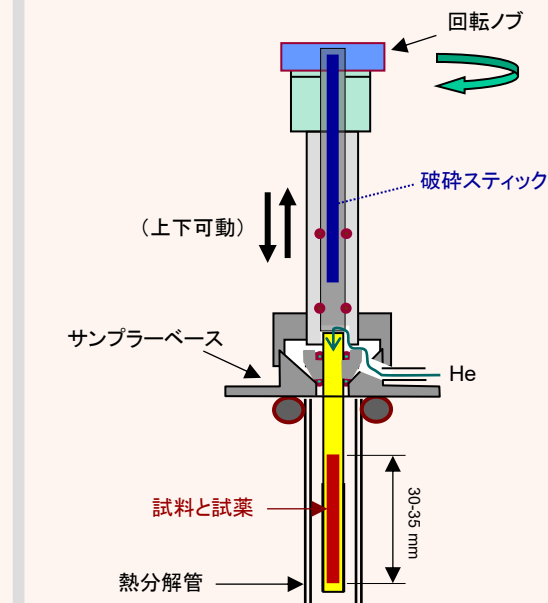
動作原理

以下に操作手順を示します。

On-lineマイクロ反応サンプラーと破砕前後のガラスカプセル



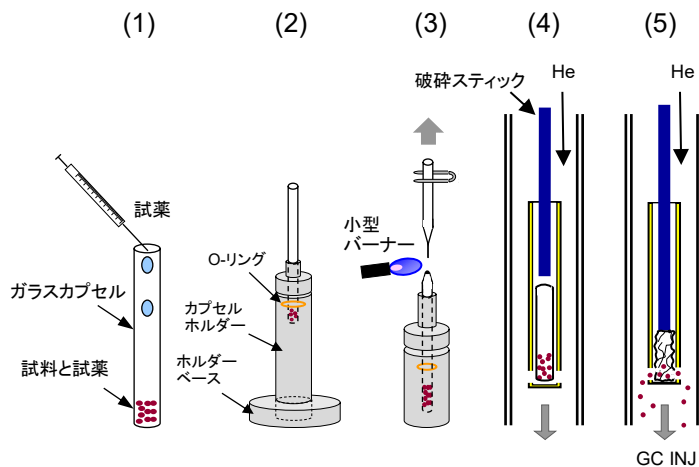
On-lineマイクロ反応サンプラーの構造図



反応ガラスカプセルの封管操作手順

- (1) ガラスカプセルに試料と試薬を入れます。
 - (2) ガラスカプセルを冷凍庫などで冷却したカプセルホルダーに挿入します。
 - (3) 小型バーナーを使用して、ガラスカプセル上部を加熱しながら少し引き上げ、細くしてから封管します。
 - (4) 封管したガラスカプセルを反応チャンバーに挿入して、サンプラーに装着します。次に、サンプラーを多機能パイロライザーに取り付け、サンプラーを押し下げて反応チャンバーを加熱炉に挿入します。
 - (5) 試料を任意の温度と時間で反応させます。
 - (6) 反応終了後、サンプラー上部のノブを回転させて破砕スティックを下げ、ガラスカプセルを破砕します。破砕と同時に反応生成物がGC分離カラムへと導入されます。
- * 上記の(4)と(5)では、ピーカー等に入れ、GCオープン中で複数個を同時に反応させることも可能です。

反応ガラスカプセルの封管と破砕手順



仕様

使用可能パイロライザー	: EGA/PY-3030D, PY-3030S
ガラスカプセル	: 外径 2.5 mm, 長さ 25~34 mm
加熱炉最高設定温度	: 400°C
添加可能試薬量	: 10 μL

梱包内容物

	入数	製品番号(P/N)
● On-lineマイクロ反応サンプラー *	1式	PY1-1050
● 標準付属品		
ガラスカプセル封管用アッセンブリ	1式	PY1-5315
(Oリング S3 付き)	3個	PY1-5319
反応ガラスカプセルB	40本	PY1-5113
サンプラー置き台	1台	UV1-3802
反応チャンバー(予備)	1本	PY1-5311
Oリング S4(予備)	5個	UV1-7701
ステンレス製熱分解管	2本	PY1-3321

* On-lineマイクロ反応サンプラー(P/N: PY1-1050)には上記すべての内容物が含まれます。各部品を単品でご注文いただく場合の入数は、上記と異なるものがございます。