

高沸点炭化水素を用いた昇温脱離・反応スペクトル分析による触媒評価

愛媛ラボラトリー 島本 一弘

1 はじめに

ディーゼルエンジンの排ガスには、炭化水素、一酸化炭素、窒素酸化物および粒子状物質（PM: Particulate Matter）などが含まれ、それぞれ規制値に適合するよう後処理が行われます。排ガス中の炭化水素は、未燃の燃料成分であり、ディーゼル酸化触媒（DOC: Diesel Oxidation Catalyst）によって浄化されます。DOCには、低温域での炭化水素燃焼の改善を目的として、ゼオライトなどの触媒が添加されます。ゼオライトは低温において炭化水素を吸着し、温度が上がると炭化水素を脱着します。ゼオライトの添加によって、DOC低温時は炭化水素をトラップし、充分な活性が得られる高温で未燃炭化水素を処理することが可能となります。

このように触媒への炭化水素吸脱着特性を把握・制御することは、触媒の性能を左右する重要な要素となります。

2 高沸点の炭化水素をプローブ分子に用いる昇温脱離法

排ガス中に含まれる炭化水素には、比較的高沸点の成分が含まれているため、通常の分析装置では凝縮が起こりやすく、排ガスを模擬した条件での分析が困難です。

当社は、触媒に対するそれら成分の吸脱着特性の評価を行うため、常温常圧で液体の化合物を安定的に気化導入できるシステムを構築し、高沸点の炭化水素をプローブ分子に用いる昇温脱離測定（TPD: Temperature Programmed Desorption）を可能としました。

本測定装置は、加熱分解炉と反応炉が直結したタンデム型のマイクロリアクターとガスクロマトグラフ質量分析計（GC-MS: Gas Chromatograph - Mass Spectrometer）から構成されます。加熱分解炉では、導入ガスの予熱や液体試料の気化を行い、それを反応炉において触媒（試料）と接触させます。ガス導入口-触媒反応部-検出器間に冷却点は無く、炭化水素ガスを凝縮せずに流通することができるです。

3 デカンをプローブ分子とした分析事例

アンモニアなどの無機ガスをプローブ分子に用いる従来の昇温脱離測定や昇温反応測定（TPR: Temperature Programmed

Reaction）は、分子構造が変化しない単純な吸脱着や想定された無機化合物の生成を計測します（図1 (a), (b)）。

しかし、炭化水素をプローブ分子に用いると、単純な吸脱着のみでなく、炭化水素の分解や重合が進行する事が予想されます（図1 (c)）。複数の炭化水素化合物が同時に生成する場合、質量分析のみでは、イオン化時のフラグメンテーションによって生成物の定性が困難となるため、詳細に解析するにはGCによる分離定性が必要となります。常温常圧で液体の化合物であるデカンをプローブ分子に用いたTPRの結果を基に、ある温度区間で発生したガスを捕集、GC分離したとき（トラップモード）のイメージを図2に示します。

このように、本装置はGC分離機構を備えるため、炭化水素を用いた昇温脱離・反応スペクトル分析の定性能力が大きく向上しています。さらに、トラップモードとGCを経由しないリアルタイムモニタリング（ダイレクトモード）を使い分けることで、お客様の目的に応じた分析を提供できます。

4 おわりに

本技術は、触媒反応によって生成した有機化合物の分離定性ができるため、温度に対する各化合物の量をプロットすることで、触媒反応の選択率や転化率の評価も可能となります。排ガス浄化触媒に限らず、有機合成やバイオ燃料合成など、幅広い触媒分野での素反応解析においても、有効な評価手法となります。

本技術と当社が保有する豊富な物性評価メニューを融合し、お客様の課題解決をサポートいたします。

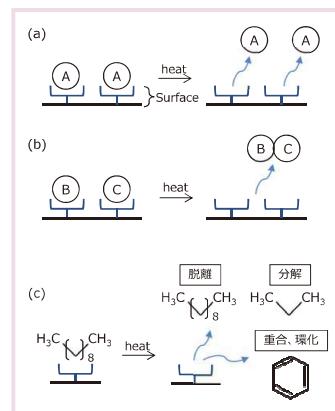


図1 無機ガスを用いたTPD (a) , TPR (b) と炭化水素を用いたTPD, TPR (c)

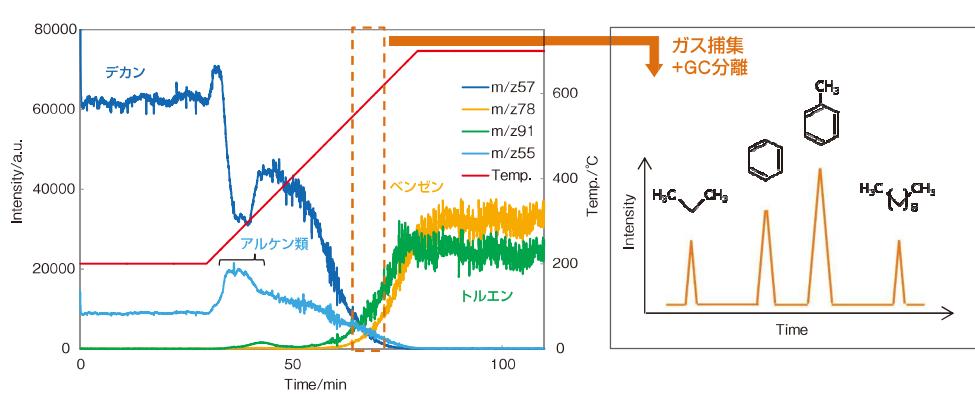


図2 デカン-TPRチャート及びある温度区間における発生ガスの分離定性イメージ



島本 一弘
(しまもと かずひろ)
愛媛ラボラトリー