

触媒分析装置

BELCAT II

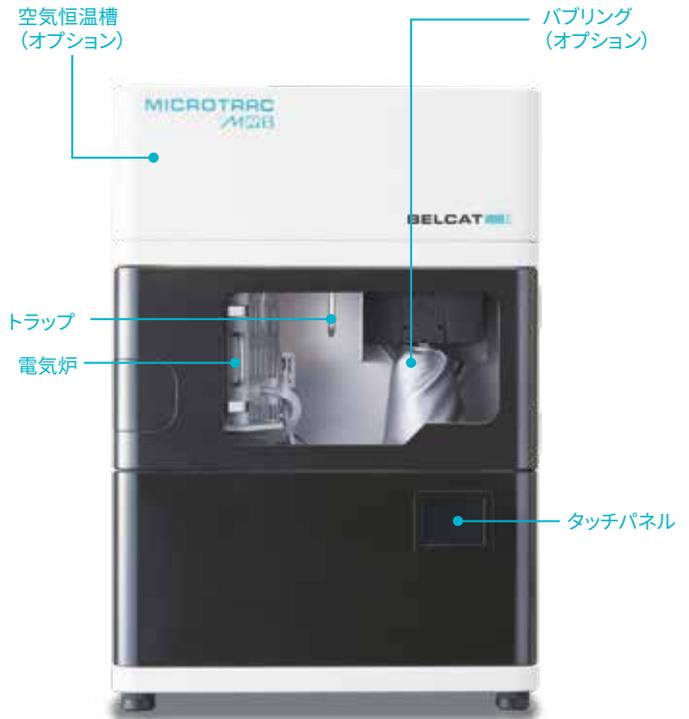
パルス、TPD、TPR、BET
破過曲線、各種触媒反応

BELCAT II

1台で様々な測定が行える、触媒分析装置

固体触媒の表面特性は、様々な方法で研究されています。固体酸触媒では、酸・塩基性質が触媒活性を決定します。貴金属担持触媒では、担持金属の分散度、金属表面積、粒子径がそのコストや性能と強く関係しています。吸着剤においては飽和に達するまでの挙動や飽和吸着量が重要なパラメーターです。また一般に固体触媒の反応はその表面で起こりますので、比表面積は重要なファクターとなります。BELCAT II は、これらの測定を1台で行える触媒分析装置です。

さらにその他の様々な測定にも応用できるよう、幅広いカスタマイズに対応しています。総合的な触媒分析ツールとしてご使用いただけます。



特長 FEATURES

1 最適化されたガス流路

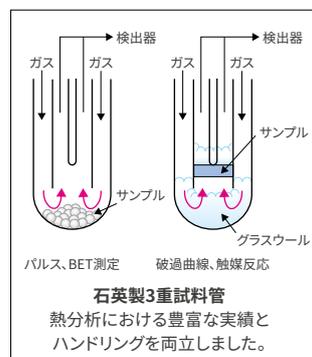
マニホールド化によって流路容積の最小化に成功しました。ガス流量は高精度マスフローコントローラーによって制御されますので、安定したデータを測定していただけます。

1 高分解能TCD検出器

検出器には高感度な4素子熱伝導度検出器 (TCD) を採用しています。さらに基板の改良により高分解能化を実現しました。より滑らかかつ高感度なスペクトルを測定していただけます。

1 3重試料管の採用

試料管には熱分析に実績のある3重試料管を採用しました。電気炉に近い外周部分で余熱したガスをサンプル部に導入できます。パルス測定においては外管を外すだけでサンプリングでき、ハンドリングが大幅に向上しました。



1 コンパクト設計

多彩な機能を盛り込みながらコンパクト化に成功しました。幅・奥行きともにわずか500mmですので、小さな設置スペースにも余裕をもって設置していただけます。

1 豊富なガスポートとガス混合機能の標準化

8ヶのガスポートを備え、全てのガスが前処理およびパルスガス、さらに標準搭載されたガス混合機能にも使用できます。ガスをつなぎ替えることなく、さまざまな測定に対応が可能です。ガス混合機能は昇温還元 (TPR) などの測定にも使用できます。従来の様にH₂/Ar混合ポンペなどを使用することなく、装置内で混合ガスを調製して測定を行うことが可能です。

1 蒸気導入 (オプション)

凝縮器を備え、正確な濃度で蒸気導入が可能です。連続導入だけでなくパルスによる各種蒸気の吸着量測定にも対応していますので、加湿雰囲気における触媒反応にもご使用いただけます。

1 研究者の安全を守る安全対策

電気炉は完全にカバーされ、加熱時はロックがかかりカバーを開けることはできません。さらに全ての加熱部には制御と別回路の過昇温防止機能を備えおり、設定値を超えるとアラームと共にガスと加熱を停止します。圧力や流量警報、ガス検知器*の接続によるインターロックも備えていますので、安心してご使用いただけます。

※ガス検知器はお客様にしてください。

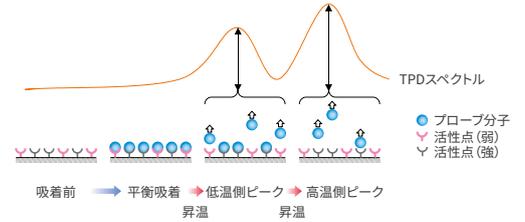
アプリケーション APPLICATIONS

BELCAT II は、触媒、燃料電池、電池、高分子材料、磁性粉、分離膜、セメント、セラミックスなど、さまざまな分野でご利用いただけます。



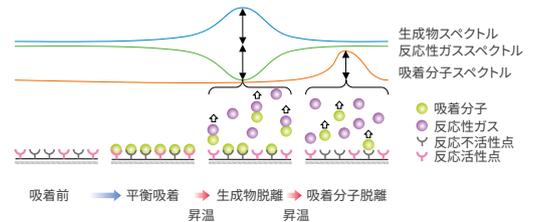
I 昇温脱離測定 (TPD測定)

固体表面上の化学吸着特性を調べる方法として知られ、一般に縦軸を脱離ガスの濃度、横軸を温度としたスペクトルで表されます。試料温度を連続的に上昇させ、脱離したガスを検出することにより、脱離ピークの数(吸着点の種類)、脱離温度(脱離の活性化エネルギー)、脱離量(吸着点の数)を得ることができます。固体酸触媒の酸性質評価としてNH₃-TPD、固体塩基触媒の塩基性評価としてCO₂-TPDが広く用いられています。



I 昇温反応測定 (TPR測定)

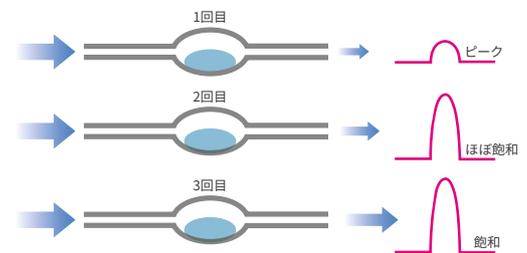
固体表面の反応特性を調べるための方法として知られ、縦軸を反応物の消費量または生成量、横軸を温度としたスペクトルで表されます。触媒反応の温度特性が連続的に測定でき、特に段階的な反応の場合それぞれの反応を個別に観察することができます。水素雰囲気下で試料の還元温度を測定するTPR測定NO_x還元、CO酸化反応、有機物の昇温反応などに利用されています。



I パルス測定

パルス測定は、試料に対して一定量のガスを飽和に達するまで繰り返し導入し、未飽和時と飽和時のピーク面積の差から吸着量を算出する測定方法です。

金属表面上に選択的に化学吸着するガス(CO、H₂等)を用いたパルス測定により、金属分散度を算出することができます。その他にO₂パルスによる酸素吸蔵能(OSC)測定やN₂Oを用いたCu担持触媒の金属分散度測定など、さまざまな応用例が報告されています。

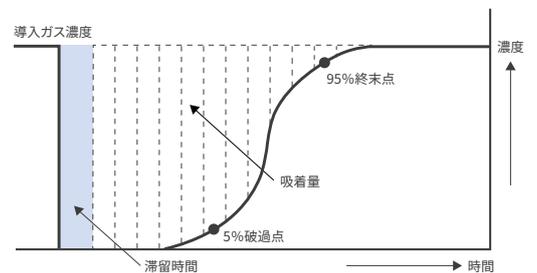


I 吸着破過曲線測定

サンプルへ吸着ガスを導入し、サンプル下流の検出器で吸着ガスの濃度を測定します。始めは吸着剤へ吸着ガスが吸着するため、下流側のガス濃度はゼロ付近になります。

サンプルへの吸着量が飽和に近づくにつれ下流側への漏出ガス濃度が高くなり、飽和に達すると導入ガスと同じ濃度になります。

飽和に達するまでの挙動や吸着量を測定することで、吸着剤の評価を行うことが可能です。

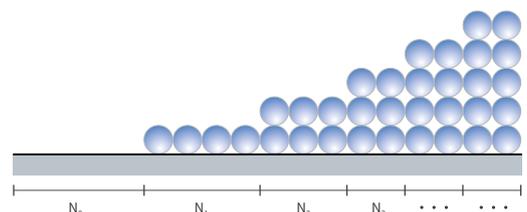


I BET比表面積

固体の単位重量あたりの比表面積であり、固体触媒では反応物との接触面積として触媒活性に大きく影響します。

ヘリウム希釈の窒素ガス流通下で試料を液体窒素温度に冷却し、続けて室温に戻して窒素の脱離量を測定、BET理論を用いて比表面積を算出します。

固体触媒だけでなく、吸着剤などあらゆる粉体試料の評価に欠かせない測定手法の一つです。



ソフトウェア SOFTWARE

ソフトウェアは使いやすさを最優先にするとともに、測定者の方々の労働生産性を向上させる機能を多く搭載いたしました。測定については、長年培った当社の高度な吸着技術をどなたにでも簡単に再現可能とし、洗練された各種解析理論により、ご満足いただける結果が得られることをお約束します。解析結果は報告書作成のためExcel形式で簡単に保存できます。

I 簡単操作の測定ソフト

測定項目ごとに専用タブを設定し、簡単な条件を入力するだけで全自動測定が可能です。測定中は装置の動作状況、TCDチャートや温度などがリアルタイムで表示され、測定状況を一目で確認できます。

I 自動ゼロ点調整が可能

測定前にTCDのゼロ点を自動で調整します。常に同じベースラインで測定できますので、データ比較が容易です。異なるキャリアガスを用いた連続測定も安定して行うことができます。

I 自動多点検量による高い信頼性

TPDやTPR測定の後、信頼性の高い多点検量測定を自動で行います。もちろん計算も自動で行いますので、煩わしい手動計算は不要です。

I 特殊測定モード

パルス動作やガス流量、サンプル温度などを自由にプログラム制御することが可能です。独自の測定プログラムで任意の測定を行って頂けます。複雑な触媒反応実験などにも応用が可能です。

I BELMASS II 連動ソフト (オプション)

BELCAT II の測定ソフトと連動可能なオンラインガス分析計の測定ソフトです。サンプル温度を取り込みながら、BELCAT II の測定開始・終了に連動して分析を行ないます。外部信号の取り込みやタイマー制御にも対応していますので、他の機器に接続して単独でご使用いただくことも可能です。

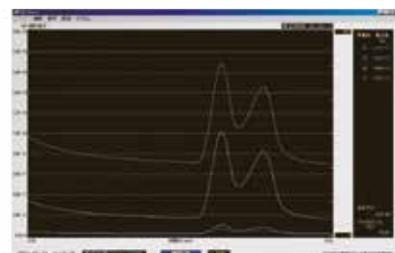
I 解析ソフトChemMaster II

TPD、TPR測定で得られたスペクトルからピーク面積を計算します。レイヤー重ね書き機能を備え、スペクトル比較も容易です。波形分解機能によってピーク分割も可能です。また、パルス測定結果のレポートが自動作成されます。吸着量や金属分散度などの複雑な計算を行う必要はありません。担持量や化学量論比の再計算も可能です。

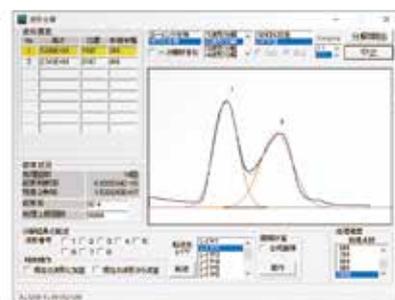
BELCAT II 測定画面



BELMASS II 測定画面

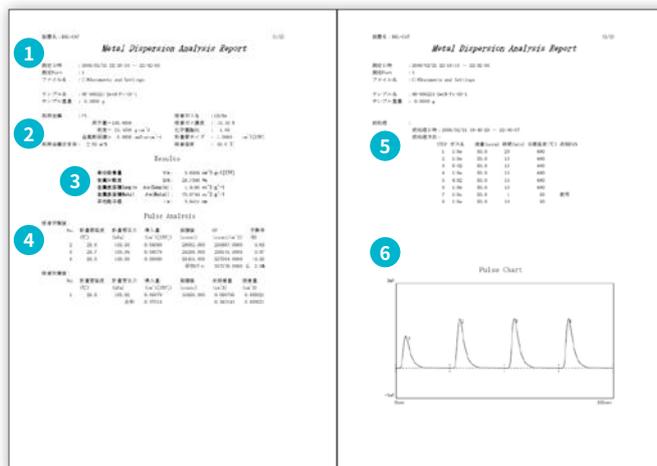


波形分解画面 (TPD, TPR測定)



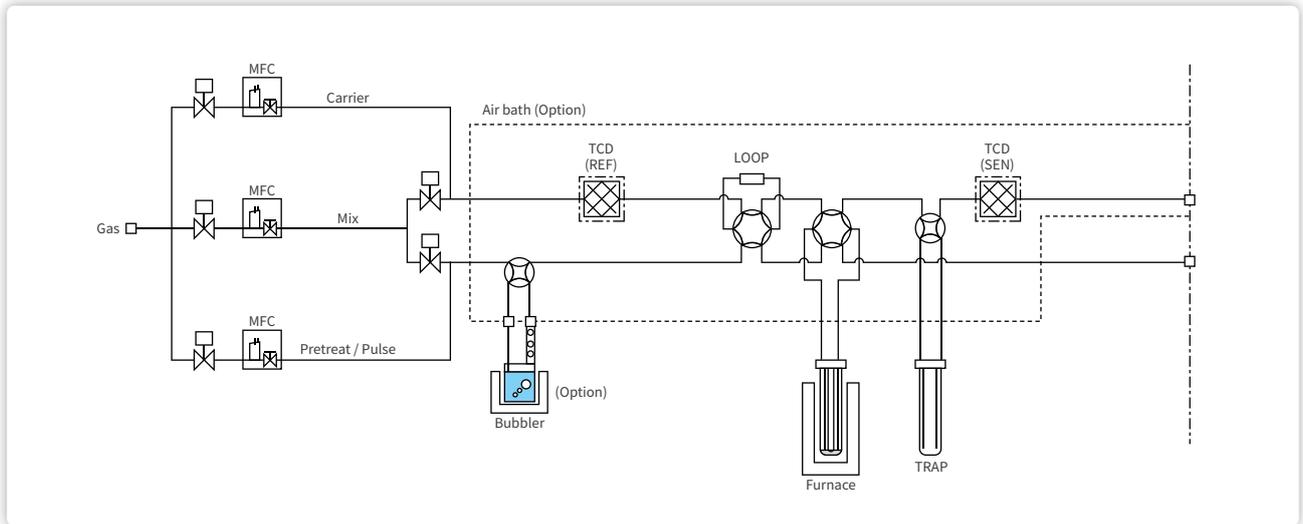
データ出力例 (パルス測定結果)

- 1 見出し
測定日時、ファイル名、サンプル名、重量などを出力
- 2 担持金属種
担持金属の原子量や密度、担持量、量論比などを出力
- 3 解析結果
単位吸着量 (cm³/g) 金属分散度 (%)
金属表面積Sample (m²/g)
金属表面積METAL (m²/g) 平均粒子径 (nm)
- 4 パルス詳細
各パルスピークの導入力や面積値、平衡率などを出力
- 5 前処理条件
流通ガス種や温度、時間を出力
- 6 パルスチャート



流路図 FLOW PASS DIAGRAM

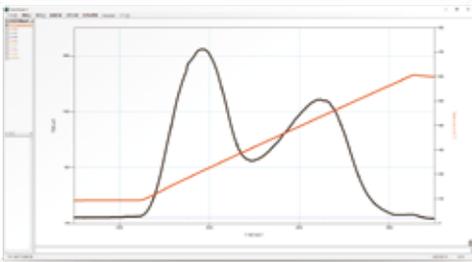
ガス導入系はキャリアラインと前処理／パルスガスラインに加え、Mixラインを備えています。Mixラインのガスはキャリアライン、前処理／パルスガスラインのいずれにも混合することができます。キャリアーのArにH₂を混合してTPR測定を行うことや、パルスガスを希釈して導入量を制御するなど、様々な応用が可能です。また前処理ラインを設けることで、サンプルからの脱ガスによる検出器の汚染を防止しました。長期にわたり安定したデータを取得していただけます。



※一部簡略化した流路図です。

測定例 MEASUREMENT EXAMPLES

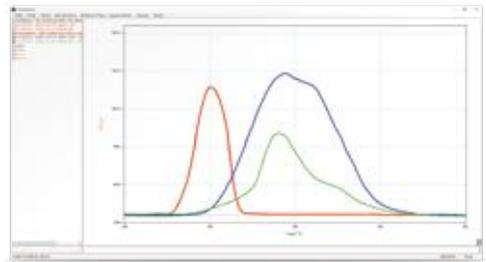
MFI型ゼオライトのNH₃-TPD測定結果



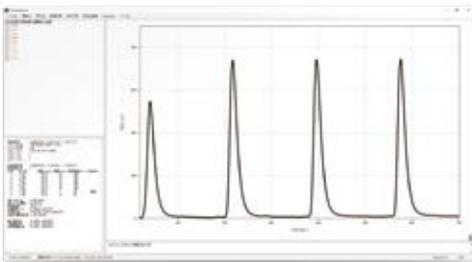
脱離量：0.861mmol/g ピーク温度：440°C
※Hピークの値です

各種金属酸化物のH₂/ArによるTPR測定

- CuO+H₂ → Cu+H₂O
- NiO+H₂ → Ni+H₂O
- CoO+H₂ → Co+H₂O



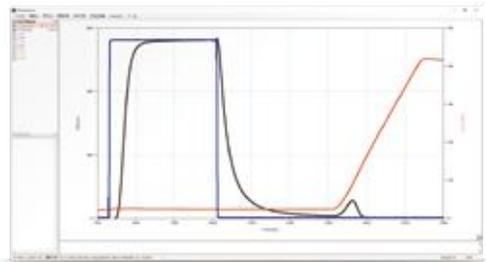
COパルスによるPt/Al₂O₃の金属分散度測定



単位吸着量：0.515cm³/g 金属分散度：22.2%
金属表面積：54.7m²/g 金属粒子径：5.11nm

CO₂の破過曲線測定 (吸着→脱着→昇温脱離)

- Blank
- Sample



吸着ガス：1%CO₂/He
吸着量：33.8cm³/g 脱着量：30.6cm³/g 昇温脱離量：2.9cm³/g

オプション OPTIONS

I 蒸気導入ユニット

空気恒温槽、バブリング、ヒーターと凝縮器で構成されます。凝縮器で余分な蒸気を除去することで、正確かつ安定した濃度で蒸気を導入することができます。

I MIXガスユニット

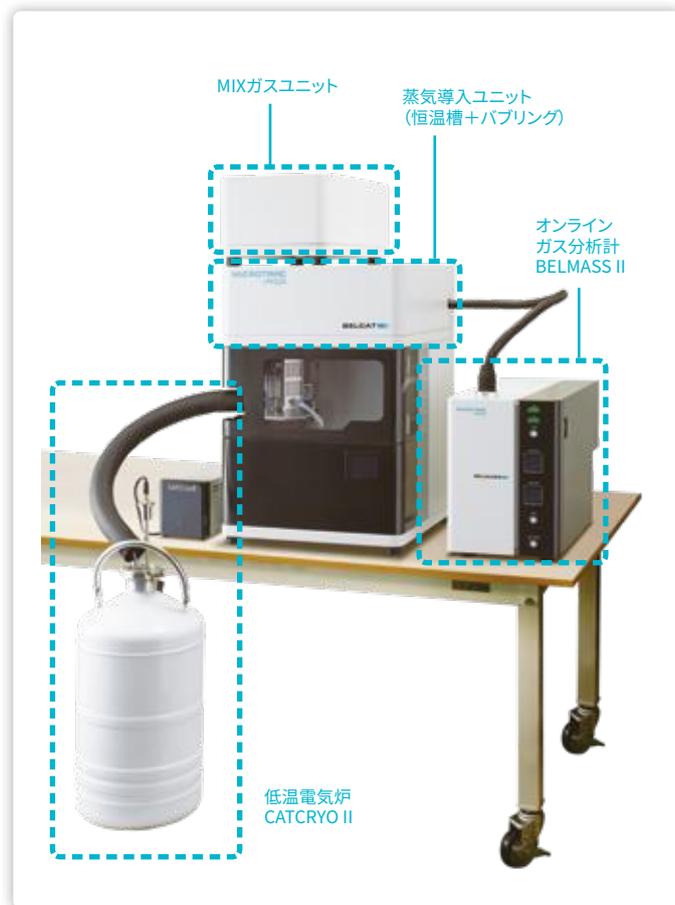
3種以上のガスを混合するためのユニットです。1ユニットに最大6ラインまでインストール可能です。もちろん腐食性ガスにも対応可能です。

I 低温電気炉 CATCRYO II

液体窒素の蒸気を吹きかけることで、サンプル温度を -120°C から連続制御することが可能です。セリア担体の金属分散度測定や室温以下からのTPR測定などにご利用いただけます。内部構造の最適化により冷却性能を高め、液体窒素の消費量を大幅に削減しました。

I オンラインガス分析計 BELMASS II

四重極型質量分析計(Q-mass)をシステム化しました。BELCAT IIのソフトウェアと連動し、TCDでは分離できない複数成分のガスを高い定量性で測定できます。触媒反応の分析などにもご利用いただけます。

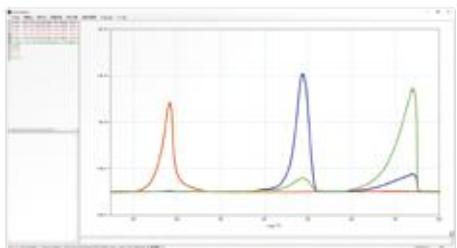


オプションを使用した測定例

シュウ酸カルシウム一水和物の昇温熱分解測定

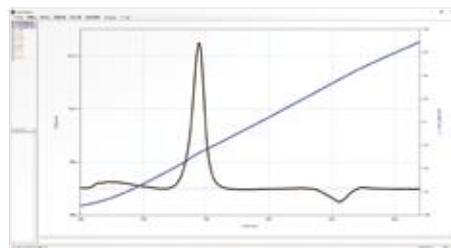
- $m/z=18$
- $m/z=28$
- $m/z=44$

使用オプション:
BELMASS II



Pd担持触媒の低温(-100°C)からの昇温還元 (TPR) 測定

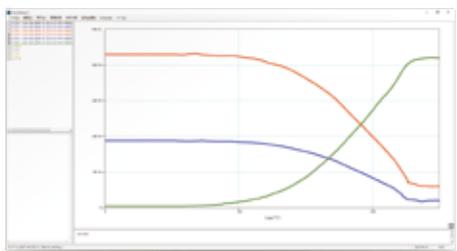
使用オプション:
CATCRYO II



貴金属触媒を用いた一酸化炭素の昇温酸化反応

- $m/z=28$
- $m/z=32$
- $m/z=44$

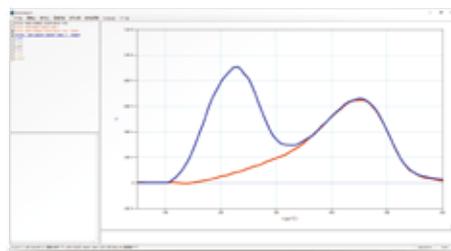
使用オプション:
MIXガスユニット、
BELMASS II



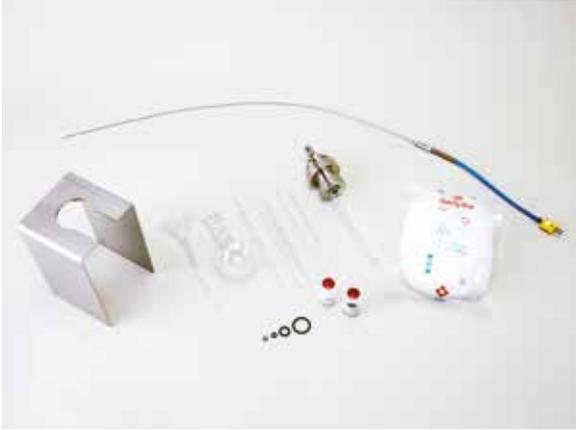
ゼオライトの NH_3 -TPDにおける水蒸気処理 ($m/z=16$)

- 水蒸気処理なし
- 水蒸気処理あり

使用オプション:
蒸気導入ユニット、
BELMASS II



アクセサリー ACCESSORIES



型 式	品 名
062-20000-0-0	試料管ホルダー
062-20001-0-0	石英試料管セット (外管、中管、サヤ管)
062-20002-0-0	石英試料管 (外管)
062-20003-0-0	石英試料管およびトラップ管 (中管) 3本/セット
062-20004-0-0	石英試料管 (サヤ管) 3本/セット
062-20005-0-0	石英試料管 (トラップ及び大容量用外管)
062-20006-0-0	バブリングボトル
062-20019-1-0	Kシース熱電対
062-20013-1-0	試料飛散防止フィルター (φ6mm, 2μ) 3ヶ/セット
900-00040-0-0	パーフロリング (6ヶ/セット) <P10A> 中管用
900-00050-0-0	パーフロリング (3ヶ/セット) <P20> 外管用
900-00052-0-0	パーフロリング (6ヶ/セット) <P4> サヤ管用
900-30000-1-0	石英ガラスウール (ファイン) 10g
990-00013-0-0	金属分散度測定用基準サンプル 2wt%Pt/Al ₂ O ₃
990-00014-0-0	NH ₃ -TPD測定用基準サンプル MFI型ゼオライト

仕様 SPECIFICATIONS

触媒分析装置 BELCAT II

測定原理		常圧流通式
検出器		半拡散型4素子熱伝導度検出器 (TCD)
測定/前処理ポート		1
導入可能ガス		He, Ar, N ₂ , O ₂ , H ₂ , CO, CO ₂ , NH ₃ , N ₂ O, NO, etc.
ガス	キャリアー	3
	前処理/パルス/MIX	8 (耐食×2)
マスフロー コントローラー	キャリアー	F.S.100sccm
	前処理/パルス	F.S.100sccm
	MIX	F.S.30sccm
電気炉		最高温度:1100°C 急速冷却:30min (400→50°C) CATCRYO II (オプション): -120°C対応
蒸気導入 (オプション)		H ₂ O, CH ₃ OH, C ₂ H ₅ OH, トルエン, ベンゼン, etc.
外形寸法・質量		500 (W) × 750 (H) × 500 (D) mm, 80kg
ユーティリティ	ガス	測定ガス:0.05-0.1MPa (G)、バルブ駆動用:0.35-0.55MPa (G)、1/8"Swagelok接続
	電源	AC100V、1,300W

オンラインガス分析計 BELMASS II

測定原理	四重極型質量分析計	ガス吸引量	約0.6cc/min (@1atm)
検出器	ファラデーカップ/二次電子増倍管	測定チャンネル	最大16ch
測定質量数範囲	1~200a.m.u.	アナログ入力	1CH (DC0-10V)
検出限界	<1ppm*	通信インターフェース	RS-232C
ガス導入部	1/16"キャピラリーチューブ	外形寸法・質量	280 (W) × 400 (H) × 600 (D) mm • 36kg
ガス導入部温度	最大200°C (SUS)、120°C (PEEK:オプション)	電源	AC100V、600W

*導入ガス種により制限される場合があります。

※カタログ記載の製品 (貨物・役務) は、輸出国・用途などによっては「外国為替および外国貿易法 (外為法)」による輸出規制品等に該当する場合があります。規制品に該当する製品 (貨物・役務) の輸出に関しては、日本政府の審査を受けて許可・承認等を得る必要があります。

MICROTRAC

PARTICLE CHARACTERIZATION

MICROTRAC

PARTICLE CHARACTERIZATION

マイクロトラック・レツェ社
Retsch-Allee 1-5 · 42781 Haan · Germany
Phone +49 2104 2333-300 · info@microtrac.com

マイクロトラック社
11 Penns Trail Newtown, PA 18940 · USA
Phone +1 866 473 8724 · marketing@microtrac.com

マイクロトラック・フォーミュレーション社
3-5 rue Paule Raymondis 31200 Toulouse · France
Phone +33 (0)5 62 89 29 29 · contact.fr@mtf.verder.com

マイクロトラック・ベル株式会社
〒559-0031 大阪市住之江区南港東8-2-52
本社・大阪営業所・大阪アプリケーションラボ TEL: 06-6655-0362
東京営業所・東京アプリケーションラボ TEL: 03-6457-6707

info@microtrac-bel.com · www.microtrac.com

part of **VERDER**
scientific