

石英反応管製作依頼とガラス工作 エタノール水蒸気改質反応等への応用

数理物質科学等技術室 伊藤 伸一

■ はじめに

地球温暖化や石油資源の枯渇問題への対策として近年、バイオエタノールの利用が実現しつつある。バイオエタノールとは植物中にあるでん粉や糖類を発酵により生成するエタノールである。日本に古くからある日本酒は、発酵段階でのエタノール濃度が世界的に見ても非常に高い。ブラジルなどでは工業的な利用も盛んで、自動車用燃料としてもガソリンに数十%混入し使用している。日本ではまだあまり利用が少ないが、それでもガソリンに数%混入したものが販売されはじめている。バイオエタノールの利用については、このほかに固体触媒を用いた脱水素反応(1)や水蒸気改質反応(2)、(3)によって水素を得ることができ、数年前から研究が盛んにおこなわれるようになった[1]。水素は固体高分子形燃料電池の燃料となるほか、化学製品合成に欠かせない原料である。



筆者は数年前から、科研費奨励研究（技術職員が行うことが出来る）により、エタノールの水蒸気改質反応を効率よく行うことが出来る固体触媒の開発を行っている。実験には石英製の反応管が必要不可欠であるが、硼ケイ酸ガラスならばともかく石英は自分では加工できない。そこで、ガラス工作部門に依頼した。その使用法と実験装置の動作試験結果の一部、そして自作したガラス製の装置（トラップ）をここで紹介する。

■ 石英反応管

図1に製作していただいた石英反応管に固体触媒を充填した様子を示した。反応管中央部分に石英ウールではさまれた部分が固体触媒（Nb-Pt/SiO₂）である[1]。この触媒の出し入れは、反応管上部から行う。充填後はSwagelokのPlugで閉じる。反応管上部右上の枝管にも石英ウールが詰めてあり、この部分が気化器となる。エタノールや水は常温で液体なので、マイクロポンプでエタノール水溶液をこの部分に連続的に注入し、外側をリボンヒーターで加熱し気化させる。この気化器部分の構造が重要であると筆者は考えている。というのも、学会などで聞くとところによると、液体の供給を反応管の真上から垂直に落とす方法では、液滴がば

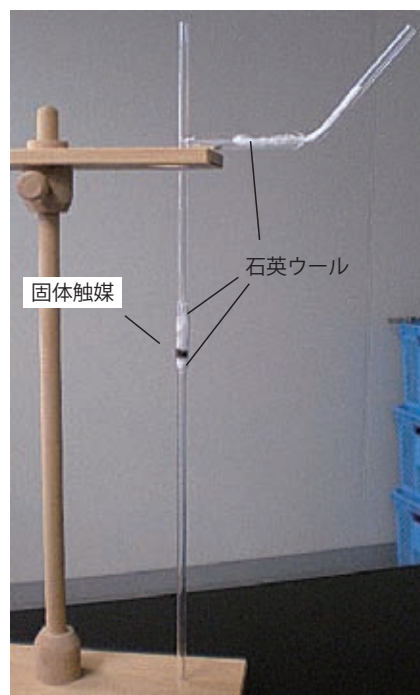


図1 製作依頼した石英反応管

たばたと落ちることで気化が断続的に起こりうまくないうである。斜めから液体を供給し、石英ウールに浸み込ませると同時にキャリアガス（アルゴンなどの不活性ガス）で触媒に供給するのがよい[2, 3]。この石英反応管はエタノールの水蒸気改質反応の他、メタノールの水蒸気改質反応にも使用した[3, 4]。図2にエタノール水溶液の供給の安定性を調べた結果を示した。ガスクロマトグラフにより検出したエタノールのピーク面積は、供給開始200分後でも安定していることがわかる。この安定性は反応速度など触媒活性の評価に重要である。このような反応管は市販されておらず、また外注すればかなりの経費がかかる。本学のように必要な装置を作りたいときに、直ちに対応してくれる研究基盤総合センターの工作部門は大変ありがたい存在であり感謝している。

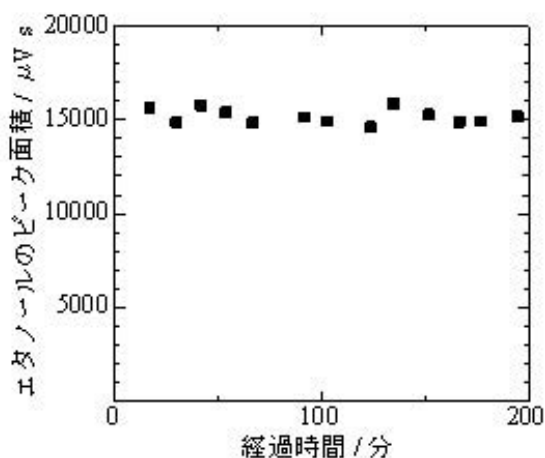


図2 石英反応管気化器によるエタノールの供給安定性
(ガスクロマトグラフによる測定)

■ 硼ケイ酸ガラスのトラップの自作

エタノールの水蒸気改質反応では、反応生成物として水素やアセトアルデヒドのほか、未反応のエタノールや水が反応管出口から排出される。気体であれば、そのままガスクロマトグラフで分析できるが、液体の場合はトラップで捕捉する。その場合、やはり市販にはないものを作る必要があ

る。トラップは低温寒剤で冷やす場合もあるが、この場合は0℃で十分である。石英である必要はないので、硼ケイ酸ガラス（パイレックス）管で自作してみた。日頃から、ガラス工作部門の明都茂氏、門脇英樹氏にお教えいただいているコツを頼りに試行錯誤してみた。蛇管の製作には少し苦労した。作り方は、ガスバーナーで加熱し軟化したガラス管をゆっくりと鉄パイプなどに巻きつければ良いとのことであった。ガラス工作用旋盤などないので、片手で鉄パイプを持ちもう一方の手でガラス管をもちながら行った。出来栄は図3のとおりである。トラップの左上から蒸気が入ると蛇管を通る間に冷却され液化しAの液だめに落ちる。気体はそのまま上へ流れ、Bを通り右上から出る。Bの部分にはゼオライト等を詰めておき、液化しきらなかった水などを捕捉することが出来る。このようにしてトラップを通ったガスをガスクロマトグラフで分析すると水などは検出限界以下であった。

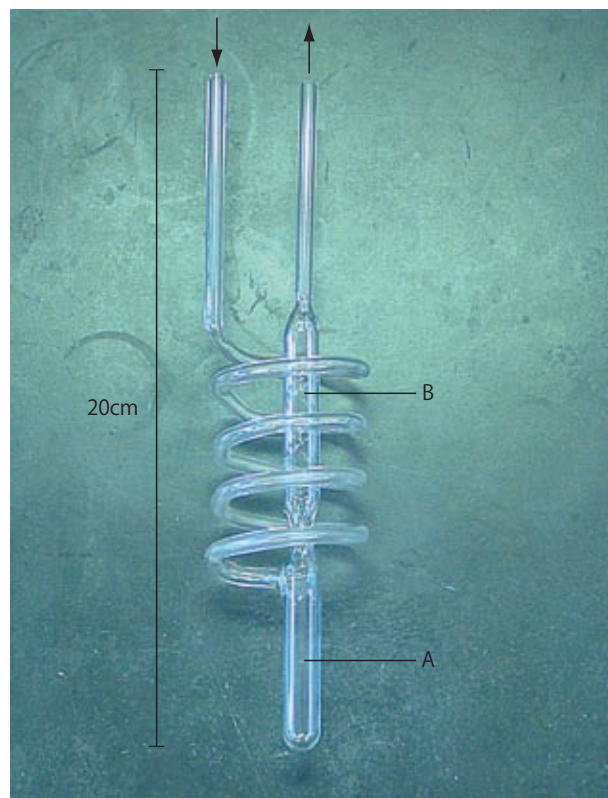


図3 自作トラップ（硼ケイ酸ガラス）

■ おわりに

ガラス工作部門では、ガラス工作実技講習会を行っており、筆者もかつて受講した。そこで教えていただいた技術は大変役立っている。自分ではできない工作は依頼しているが、出来るところは自分でやることも大切である。明都茂氏、門脇英樹氏のお二人に感謝申し上げます。

■ 文献

- [1] S. Ito, K. Tomishige, *Catal. Commun.* 12 (2010) 157.
- [2] 伊藤伸一, 筑波大学技術報告, No.31 (2011) 1.
- [3] 伊藤伸一, 筑波大学技術報告, No.21, (2001) 19.
- [4] S. Ito, Y. Suwa, S. Kondo, S. Kameoka, K. Tomishige, K. Kunimori, *Catal. Commun.*, 4 (2003) 499.