

ISSN 0915-9916

Readout

HORIBA Technical Reports

特集

分析のシステム化

March 1997 ■ No.14



HORIBA

○誌名について

誌名“Readout”（リードアウト）には、「当社が創造・育成した技術を、広く世にお知らせし、多くの皆様に読み取っていただきたい」という願いが込められています。

○表紙写真

撮影：松井秀雄氏(二科会写真部関西支部所属)
神宮の側壁に差し出された桜の小枝は、人を王朝の時代に誘う白の幻影。

- 巻頭言 偉大でグローバルな中堅企業をめざして
～タイムワンハーフ活動とセグメント別新組織 堀場 厚—— 3
- 特別技術講演会 Experiences with the Electron Capture Detector James Lovelock —— 5
- 特集総説 分析のシステム化に向けて 松田 耕一郎—— 13

●特集論文 分析システム統括部の関連製品と技術 岡田 義明—— 17

FTIRオンラインガス分析計の開発

その1. 今ユーザーが求める分析計 館 龍一—— 21

その2. プロセス用ガス分析装置FT-1000 横井 雅樹・佐竹 司—— 25

鉄鋼製造プロセス制御における分析技術 小野 昭紘・植村 健—— 29

自動炭素・硫黄分析装置 EMIA-820FA 平野 彰弘・水田 雅夫—— 35

火力発電所の総合運用管理システムと分析装置

四郎丸 功・長谷川 明正・秋山 重之—— 41

火力発電所における煙道排ガス中窒素酸化物の高速応答型分析装置ENDA-2000H

藤原 雅彦・清水 直仁—— 45

Situation of Environmental Measuring Systems in Germany

Klaus ADAMUS and Keiichi HANDA —— 51

大気汚染監視用HAPs濃度測定装置 APPA-365 大西 敏和・寺田 邦雄—— 57

光沢計を用いたフロアメンテナンス 坂平 和博・山崎 修一—— 63

ハンディタイプ光沢計 IGシリーズ 操谷 俊之—— 67

軽元素用液体窒素レス半導体X線検出器 新井 重俊—— 71

◆ホリバグループ紹介 The Sun Breeds Beautiful Flowers : ABX S.A.

Brice PROUVE —— 76

●一般論文 持続可能社会へ向けた分析センターをめざして

— 分析ノウハウの蓄積と活用 — 池田 昌彦—— 79

◆施設紹介 ユーザーフレンドリーなマニュアル作り 沢本 昌順—— 84

◇知的所有権メモ—— 88

◇社外技術発表リスト—— 89

□Foreword	A Distinguished and Solid Company with a Global Reach Atsushi HORIBA _____ 3
□Guest Forum	Experiences with the Electron Capture Detector James Lovelock _____ 5
□Horiba R&D Policy	The Systematization of Analytical Technologies Koichiro MATSUDA _____ 13
.....	
●Feature Articles	Products and Technologies : Administration Division Analytical Equipment & System Yoshiaki OKADA _____ 17
	On-Line Application of an FTIR Gas Analyzer Ryuichi TACHI _____ 21
	Development of the FT-1000 Gas Analyzer, a Process FTIR Instrument Masaki YOKOI and Tsukasa SATAKE _____ 25
	Analytical Techniques for Quality Control in the Steel-making Process Akihiro ONO and Takeshi UEMURA _____ 29
	EMIA-820FA Automated Carbon/Sulfur Analyzer Akihiro HIRANO and Masao MIZUTA _____ 35
	The Integrated Operation Management System and Analytical Instrumentation in Steam-Generated Electric Power Plants Isao SHIROUMARU, Akimasa HASEGAWA and Shigeyuki AKIYAMA _____ 41
	The ENDA-2000H Stack Emissions NOx Analyzer with High Response Speed Applicable in Coal Burning Power Plants Masahiko FUJIWARA and Naohito SHIMIZU _____ 45
	Situation of Environmental Measuring Systems in Germany Klaus ADAMUS and Keiichi HANDA _____ 51
	The HORIBA APPA-365 Hazardous Air Pollutant Analyzer System Toshikazu OHNISHI and Kunio TERADA _____ 57
	A Gloss Checker Applicable to Floor Maintenance Service Kazuhiro SAKAHIRA and Shuichi YAMAZAKI _____ 63
	Hand-held Instruments that Indicate Surface Glossiness in Digits; The IG Series Gloss Checker Toshiyuki KURITANI _____ 67
	Liquid Nitrogen Free X-ray Detector for the Analysis of Light Elements Shigetoshi ARAI _____ 71
.....	
◆HORIBA Group Company	The Sun Breeds Beautiful Flowers : ABX S.A. Brice PROUVE _____ 76
.....	
●Selected Topics	Analytical Techniques Developed at the HORIBA Application Center Masahiko IKEDA _____ 79
.....	
◆New Facility	A Computer-aided System to Compile User-Friendly Manuals Masayori SAWAMOTO _____ 84
.....	
◇Patents	_____ 88
◇Technical Reports List	_____ 89

巻頭言

Foreword

偉大でグローバルな中堅企業をめざして ～タイムワンハーフ活動とセグメント別新組織

A Distinguished and Solid Company with a Global Reach

ホリバは創業50周年を1995年に迎えたのを機に次なる50年に向けて「第二の創業」を掛け声に、各種のイノベーション活動をスタートさせました。とくに現在のように世の中が早いピッチで変革し、グローバル化している中で過去の延長線上や経験だけに基づく活動や改革は、建前ばかりで、満足のいく成果は得られないと考えます。

そこで、ホリバの明確な企業イメージ「偉大でグローバルな中堅企業」を掲げ、大企業でもなく中小企業でもない、筋肉質で、生き生きとした、若々しい、運動神経の発達した企業体を作り上げる事を目標としました。そして、その活性度を上げるための最初のスタンスは「攻めのオペレーション」です。ここ数年の円高等による厳しい企業環境の中で、全ての職務を半分の時間で完了しようと言う「タイムワンハーフ活動」をスタートさせ、その活動をベースにした新製品が次々に好成績をおさめています。全社的にこの活動がホリバリアン(ホリバで働く人の総称)のマインドに定着し基盤が整備されつつあり、次は飛躍のための積極策を全社に展開しています。

将来の計測器分野の活動ポテンシャルが大きい、医療分野の業容の拡大とグローバル化のために、ヨーロッパでは血球カウンターで最大手のフランスABX社の買収を行い、また、現在最も伸び率が高く分析技術が今後大いに必要とされる半導体ビジネスの強化のために、マスフローの世界シェアのナンバーワンとなった子会社のエステックの増資、および本社最新鋭工場の建設、優秀な中堅技術者の積極的な交流等を実行しました。さらに、これらの活動をきめ細かくサポートするためと、自動車、環境、工業、理化学等の既存ビジネスを強化し、より市場志向型のオペレーションを具現化するために、昨年の秋から新組織をスタートさせました。

この新組織は、エンジン計測システム、分析計測システム、半導体計測システム、医用計測システムの4つのセグメント別統括部と5つのビジネスサポートセグメントから成り立っています。今までの企画、営業、開発、設計により編成されていた機能別組織とは異なり、製品群別の各セグメント内に独自の企画、開発、営業等のグループが存在するため、製品へのトータルな視野を持つことができ、顧客に対しても専門知識をベースにきめ細やかな対応と、国内だけでなく世界規模での、より組織だった対応が可能となりました。また、セグメントサポート部隊は、製造、サービス、業務、営業推進、基礎開発機能など全社共通とし、企業規模を生かす組織となりました。

情報関係の投資も積極的に行い、一年半で全社員の2人に1台のレベルに当たる600台のPCを配置し、情報共有のため、22台のWindows-NTサーバーを設置しました。このサーバーの中の4台はアメリカ・ヨーロッパの子会社に設置するとともに、サーバー間の常時接続のため、国内は専用線とフレームリレーを、海外子会社には国際フレームリレーを導入し、英語・日本語のEメールや電子掲示板の本格運用を実施しました。なお、このネットワークおよびPCは基幹業務のインフラとしての利用も考慮しています。



代表取締役社長

堀場 厚

Atsushi HORIBA

President

こうしてホリバのネットワークが構築されたことにより、グループ間のコミュニケーションが密になり、これまで本社、子会社で別々に展開していた事業も、常に強力な本社のリーダーシップで世界的規模で対応可能となりました。今後とも各地域の特殊性を配慮し、グループ間で情報を共有しながら、世界的時間軸と規模で市場に対応していきます。より強固なグループ企業を創出するためには、いわば企業の細胞分裂的な連鎖的成長と、各種の機能を持ち合わせた専門家からなる細胞が、情報ネットワークで一つにつながり、機能することが大切だと考えています。

我々の改革は第二のステップアップの段階に入ってきています。これらを着実に実行して、今後とも「偉大でグローバルな中堅企業」をめざし、保守的になることなく、創業当時のチャレンジ精神を奮い起こし、よりダイナミックに限りなく成長する事を目指します。

Experiences with the Electron Capture Detector

かけがえのない地球を守ろうと、ガイア理論*を提唱されているジェームス・ラブロック博士を堀場製作所にお招きし、特別技術講演会“Experiences with the Electron Capture Detector”を開催しました。

ご講演は、博士の偉大な発明の一つ、電子捕獲型検出器(ECD)誕生の経過から始まり、動作原理と特徴、さらに、地球(ガイア)との付き合い方へと結ばれました。

とくに、地球環境に最初の警鐘をならしたレーチェル・カーソンの「沈黙の春」や、ローランド&モリナのオゾン層破壊理論など、今日の先駆的な環境科学の成果の多くが、小さな科学(スモール・サイエンス)の積み重ねに基づいているとの博士のお話は、若い技術者たちに多くの示唆と感銘を与えました。

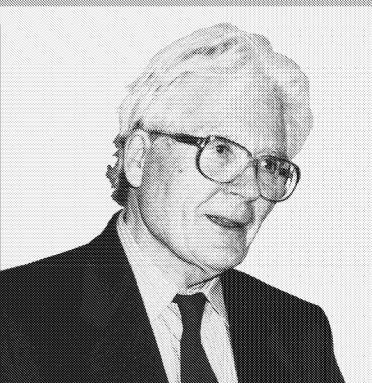
テーマ：電子捕獲型検出器で得られたこと

開催日：1996年9月27日

場 所：株式会社堀場製作所 本社



*ガイア理論
ジェームス・ラブロック博士がアメリカの女性微生物学者リン・マグリース博士と協力して打ち立てた理論(仮説)で、1979年の博士の著書「ガイアの科学 地球生命圏 (Gaia: A New Look at Life on Earth)」で発表された。ガイアはギリシャ神話にある大地の女神を語源としており、ガイア理論を一口で表現するならば、地球(惑星)と生物の共生理論と言えよう。ラブロック博士は、人々にガイアの視野に立って地球の健康を取り戻し、美しい地球を後生に伝える啓蒙活動を展開している。



Dr. James Lovelock

Independent scientist

1919 : Born in England

1974 : Elected as a Fellow of
Royal Society

1990 : Awarded the first Amsterdam Prize for Environment
by the Royal Netherlands
Academy of Arts and
Science

Let me begin by telling you something about the National Institute for Medical Research (NIMR) in London, the birthplace of the electron capture detector (ECD). In the 1940's and 1950's the NIMR was one of the world's leading laboratories. It employed only about 100 scientists and of these seven were or were to become Nobel laureates. Minimal disciplinary barriers and the free atmosphere they created encouraged interdisciplinary collaboration among the researchers, resulting in a number of brilliant scientific discoveries.

The work that led to the ECD began in 1948 when I was working on the problem of the common cold. In those days, precious little was known about the science of this subject. My job was to determine the extent of chilling objectively, which made it necessary to measure air movement in a closed room. But it was so slight as to be undetectable by the simple anemometer then available. At that time it was customary to make rather than to buy instruments. So, I invented the ion-drift anemometer for the above experiments, and, to my joy, the instrument worked even better than expected. When I say make, I mean it literally. Even the radioactive source needed to ionize the air was made by scraping the dial paint from gauges taken from the flight deck of old aircraft. Though the anemometer worked well, the only snag was that its response was perturbed by cigarette smoke. To discover the source of this drawback I did a number of experiments and found that, in addition to smoke, CFCs disturbed presence of CFCs. I wondered if its disadvantage of the anemometer might be turned to advantage and the made the basis for the sensitive detector I needed.

電子捕獲型検出器で得られたこと

まず始めにECD誕生の地であるロンドンのNIMRについてお話しします。

1940～1950年代のNIMRは、世界を代表する研究所の一つで、7人のノーベル賞受賞者を含め、約100人の研究者が在籍していました。守るべき規則は最小限で、研究者の間に学際的な協力を進める自由な雰囲気があり、それが数々の輝かしい科学分野での業績に繋がっていました。

後日のECDの発明へ繋がる研究は、NIMRで私が風邪の研究に取り組んでいた1948年に始まりました。この研究には密閉した部屋の空気の動きを測る必要がありましたが、当時の単純な風速計では、この動きは微妙すぎました。当時、研究用の機器は研究者自身が作るのが慣わしで、私も風速計を文字通り手作りし、期待以上の感度を得ることに成功しました。

ところが、この風速計はタバコの煙にも反応してしまい、さらに、フロンガス(CFC)によっても乱れる事がわかりました。そこで、私はこの欠点を逆に利用できないかと考え、これが高感度検出器開発の発端となりました。

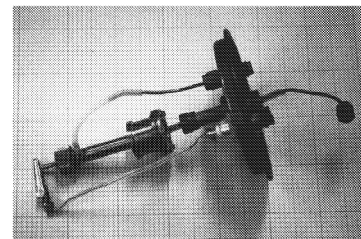
<The first handmade ionisation detector>

The first ionisation detector I made was modeled on Boer's design of the ionisation cross section detector. This ionisation cross section detector works best with light carrier gases such as helium and hydrogen, but for cost and safety reasons, I was obliged to use nitrogen as carrier gas. It was easy enough to confirm Boer's performance figures, but these were miserably insensitive. The first ionisation detector did not seem to be promising.

Again, the ion anemometer gave me a hint for improvement. I remembered the success of the ion anemometer and how its sensitivity was very dependent upon the applied potential. I thought it at least worth trying a few experiments to see if different ranges of applied potential would improve the performance of the ionisation cross section detector.

With the detector operating at 100-300V, 1mg of a test mixture of fatty acid methyl esters which Tony James had given me gave four small peaks. When I tried it with only 10V and reversed the recorder connection in order to reveal negative peaks positively, it gave what seemed to be a never ceasing range of off scale peaks. I shall never forget the look of amazement on Tony's face as peak after peak was drawn. We now know that what was seen were traces of electron absorbing impurities in the sample, but at that time it seemed that this device was useless and wholly anomalous.

In spite of the disappointment, I continued to play with it using various compounds. In the process, I accumulated test data on these compounds, and found characteristic



First ECD

最初のイオン拡散型検出器

私が最初に作った検出器は、ボーアのイオン断面積型検出器をベースにしました。従って、HeやH₂をキャリアガスにすれば最も高感度になりますが、コストや安全性の問題から、窒素を用いざるを得ず、あまりにも低感度なものでした。

このとき、イオン風速計が改良のヒントをくれました。私はイオン風速計の感度が印加電圧に大きく依存することを思い出しました。Tony Jamesからもらった1mgの脂肪酸メチルエステルの混合物を使って、100-300Vにして見ると、4つの小さなピークを記録しました。さらに、印加電圧を10Vにして記録計の極性を逆にしてみると、スケールオーバーしたピークが次々と記録されたのです。今でこそ、これらは微量の不純物だと解っていますが、当時はこの検出器が原因のように思われました。

アルゴン検出器の開発とECDの改良

汎用のガスクロ分析装置には、既存のイオン検出器よりも高感度で、しかもECDよりは扱いやすいものが求められていました。私は、窒素キャリアガス内の有機成分の検出には、他のイオン化反応を利用できるのではないかと考え、これがアルゴン検出器の発見に

behaviors of the device. Based on these findings, I analyzed it for its fundamental detection mechanism, such as the influence of polarity and electronic affinity.

〈Invention of the argon detector and improvement on the ECD〉

For the ordinary gas chromatography, we clearly needed something more sensitive than the original ionisation detector but less temperamental than the electron capture detector. I wondered if other ionisation process might be exploited to detect the vapours of organic compounds in a nitrogen carrier gas.

This line of thought led to the discovery of the argon detector. For a brief few years this was the principal sensitive detector used in gas chromatography. But I continued to experiment with the ECD until by the end of 1959 it was developed to the point where it was very little different from those now used.

The early ECD was prone to all manners of anomalies and was an extraordinarily difficult device to use. Most of these problems I found were due to space charges and contact potentials that developed inside the detector. Ken McAfee of B.T.L. had used a pulse method for measuring electron drift velocities. I used this idea to improve the ECD and found that it overcame these problems. Later the pulse method was further developed and is now the one almost universally used.

〈Application of the ECD in environmental science〉

As experience in the analysis of different molecular species by electron capture grew,

つながりました。1959年には今日のものと同レベルにまで発展させました。

初期のECDは不安定で非常に使いにくいもので、これは検出器内に発生する空間電荷と接触電位が原因でした。私は、ベル研のKen McAfeeのパルス法をECDの改良に用い、今では世界的に使われています。

環境科学へのECDの応用

様々な分子解析を続けるうちに、電子捕獲と生物活動の関連が明らかになってきました。詳細は解りませんが、多くの電子吸収性物質が生物学的に活性であるに違いありません。

研究者たちは食品残留農薬の分析に応用し、やがて、DDTなどの殺虫剤が地球全体に広がっていることがわかりました。このデータがレイチェル・カーソンに「沈黙の春」を書かせ、農薬を使い続けた場合の究極的な影響を警告することとなります。

一方、環境保護主義が進むにつれて、彼女のビジョンやデータが歪められました。ECDが極微量の農薬までを検出してしまい、殆ど全ての食品が食用不可ということになります。パラケルススの「毒とは量である」という考え方を受け入れることも必要です。

an association between electron capture and biological activity grew ever more apparent. It is still unclear whether this association between electron-attaching substances and biological effects is real or coincidental, but there is no doubt that a remarkably high proportion of electron absorbers are biologically active, which make the electron capture detector so important a device in environmental science.

While I was just experimenting, serious scientists were applying the detector to the practical analysis of pesticide residues in foodstuffs. Soon it was realized that pesticides like DDT were distributed throughout the global environment. This was the data that led Rachel Carson to write her seminal book “Silent Spring”, and warn the world of the ultimate consequences if these chemicals continued to be used by farmers. There was a shameful and harmful reaction of some of the chemical industry to her book, but it did not work, in fact it made Rachel Carson the first saint and martyr for the infant and innocent green movement.

As environmentalism evolved, Rachel Carson’s vision and the data itself became corrupted by her followers. So sensitive is the electron capture detector, that number could be given for utterly trivial quantities of pesticides and other chemicals. To apply it in full would cause the rejection of nearly everything that was edible. What was needed was common sense and the acceptance of the wisdom of the physician Paracelsus who said long ago, “the poison is the dose”. As an example to show how important is the common sense approach “small-science”, let me cite my personal experiences with the relatively clear cut environmental problem of ozone depletion by halocarbons.

アイルランドの別荘で

1968年の夏、私は大西洋に面した別荘で過ごすうち、いつもはきれいな空気がまれに霞むことがあるのに気がつきました。翌年、ガスクロで大気中のフロン(F11)を測ると、きれいな空気中で50ppt、霞んだ空気では150pptでした。50pptのF11が、アメリカから流れてきたものなのか、さらには、地球大気中に蓄積されていくものか、それを確かめるため、私は、小型船“Shackleton”に乗って南半球中を測定しました。

スモールサイエンスの重要性

調査費用はわずか数百ポンドでしたが、CFCが地球上に広く拡散していることが判り、ネーチャーに論文3編が掲載されました。ここで重要なのは、この調査が小さな科学(スモールサイエンス)でなされたことで、巨大科学では不可能だったでしょう。

この調査結果を基にした“RowlandsとMolinaのオゾン層破壊の理論”を巡って論争が起きました。1976年の米国科学会は私のデータの信頼性にクレームを付けましたが、正確度は5%であり、彼らの仮説が間違っていました。後日ドイツの調査船に乗って、フロンやPANの研究をしましたが、Shackleton号ほどの成果は得られませんでした。

<It all began at my holiday cottage in Ireland>



Holiday cottage at Coombe Mill in the Southwest of England

In 1968 we purchased a holiday cottage that looked out over the broad Atlantic. Most of the time the air was clear and islands 50 miles away could be seen from the mountain top, but occasionally the air became so hazy that objects less than a mile away were obscured. The haze looked and smelt to me just like the photo-chemical smog of Los Angeles, but how could it have reached this remote rural region?

Next summer, I brought a portable gas chromatograph on holiday with me. My objective was to measure the atmospheric concentration of trichlorofluoromethane (F11) before, during and after one of the outbreaks of hazy air. I chose to look for F11 rather than a typical smog chemical such as ozone or peroxyacetyl nitrate (PAN) because the fluorocarbons alone are unequivocally man-made.

On the first few days of our holiday the air was sparklingly clear, and I was surprised to find 50 ppt of F11 in the air. With an easterly drift of air from Europe came the haze and the confirmation of my idea about the origin of the smog, for in the hazy air there was 150ppt of F11, three times as much as in the clean air. So the haze was man made. Later investigations showed it to be photochemical smog, rich in ozone and to have come from Southern France and Italy, having drifted in the wind.

I wondered about the 50 ppt of CFC in the clean Atlantic air. Had it drifted across the Atlantic from America or more excitingly were the CFCs accumulating in the Earth's atmosphere without any means for their removal? To find out the only thing to do would be to travel by a very small ship "Shackleton" (refer

ECDの動作原理

私は、ECDを気体状電子の薄い懸濁液が閉じ込められた科学反応容器と見なすとよいと思います。熱平衡状態にある自由電子は、衝突断面積の大きな粒子のように振る舞うため、高速で高感度になります。電子と分子の反応が二次的なため、線形や非線形になります。数pptレベルの濃度を正確に校正をするため、50m³の希釈小屋とクーロメトリ法を採用し、絶対正確さ5%、精密さ0.5%を達成しました。最近、トレーサ法による広域の大気や海水の分析など、ECDの用途がますます広がっているように思います。

ガイアとともに生きる

これまでお話しましたように、ECDは、我々に地球についての新しい意識と、待ち受ける危険について知らせてくれました。私は環境の研究を通じて、確かな未来のために、社会が正しい方向に進むことを望んでいます。このためには、ビッグサイエンスと同様にスモールサイエンスにも活躍の場が必要だと考えます。そして、それ以上に、私達の意識を地球を保護する方向に向けることが大切です。私達なりの方法で、美しく健康な地球“ガイア”を子供たちに残そうではありませんか。

(抄訳 編集部)

to Fig.4) to the Southern Hemisphere and back and measure the CFCs as the ship traveled across the world.

<The importance of small science>

The total cost of the research, including a simple apparatus, was as little as a few hundred pounds. But the discoveries of the voyage were published in three nature papers. This journey of research revealed the global presence of the CFCs as well as the unexpected presence of other gases. The important point is that it was done as small science, the kind of science that went on back in the 1950's. Big science would not have made or supported such an investigation, since it was too speculative to justify the cost of a global scale expedition.

The CFC measurements made daily aboard my research ship provided the base data from which Rowlands and Molina developed their theory of ozone depletion and warned that the accumulation of these gases in the atmosphere represented a hazard to future generations.

In the early days of this research, there was a sort of ozone war over the "Rowlands Molina hypothesis." In the 1976 report of the US National Academy of Sciences on ozone depletion, it is stated that the F11 measurements of the Shackleton voyage were inaccurate. This conclusion came from the fact that the observations did not fit the predictions of their theoretical models. I am glad to have this opportunity to state that, although made with simple apparatus, I now knew that the Shackleton data was accurate to about 5%, it was the early and incomplete versions of the model that were wrong.

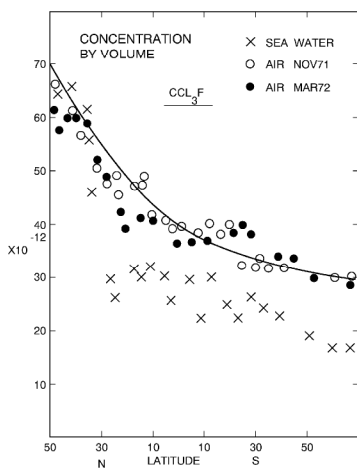
I was fortunate to have another sea voyage aboard German research ship Meteor. The research this time enabled me to gather further information about the global distribution of the halocarbons, and brought me much more interesting discoveries about PAN. I met with difficulties never experienced on the Shackleton, though. It was necessary to make measurements a long way from the ship, for it was a veritable floating city and consequently a prime source of atmospheric pollution.

<What makes it work?>

Here in this section, I would love to mention a few interesting theoretical aspects of the device. I find it helpful to think of the detector as a small reaction vessel



Measurement on the Shackleton



Typical measurement data of CFCs

holding a dilute suspension of the reagent chemical gaseous free electrons. The free electron, in thermal equilibrium with a gas at ambient temperature, behaves like a very large particle. This large cross section is a way of expressing the great rapidity of electron reactions and accounts for the sensitivity of the dilute suspension of the reagent chemical gaseous free electrons. Finally, the chemical reaction between electrons and molecules is second-order, making the response of the detector to varying sample size unlikely to be either linear or easily predictable.

However unusual the relationship between sample size and signal, careful calibration should always get results. But calibration with a gas at a concentration of a few parts per trillion is easier said than done. I tried to solve this problem by using the ECD as a coulomb meter, and by building a 50m³ experimental dilution chamber. Both calibration in the chamber and coulometry agree and with absolute accuracies of 5% and at a precision of 0.5%.

Because of its sensitivity the ECD has been widely used in tracer experiments. One interesting recent application is the use of certain fluorinated hydrocarbons as tracers. This provides a method of following air masses across wide regions. Obviously, it is also applicable to the movement of water masses in the oceans. As shown above, the ECD's use seems to be expanding into new territories.

<Being with our partners in "Gaia">

I have tried to show how the ECD led us to a new awareness of the Earth and to the dangers that now loom ahead. As citizens and as scientists we want to keep society on course for a reasonable future and to sustain the tangible benefits to ourselves from our work in environmental science. I think that if we are to succeed, we need to find a place for small science done by individuals as well as the expensive teams of big science. More than this we need to turn our hearts and minds towards what should be our prime environmental concern, the care and protection of the Earth itself. It is not enough merely to be concerned about human problems. There is no tenure for any animal or its species, not even for ourselves. If we do not recognize our responsibility to our planet we may not even reach our allotted span.

So let us be moderate in our ways and aim for a world that is healthy and beautiful and which will remain fit for our children as well as those of our partners in "Gaia".

分析のシステム化に向けて

The Systematization of Analytical Technologies

松田 耕一郎

Koichiro MATSUDA

1. はじめに

目前にせまった21世紀を考える上で避けて通ることができない科学上の成果が二つある。一つは、今世紀の爆発的な成長の原動力となった1950年代の量子力学の完成であり、もう一方は、1951年のワトソンとクリックによるDNA 2重らせん構造の発見である。今日の技術の繁栄は、産業界がこれらの基本原理にコンピュータ技術を加えて、応用製品を飛躍的に拡大させてきたおかげだと考えている。

堀場製作所は、今世紀最大の科学技術的革命的な約50年前に誕生し、国産第一号のpHメータの開発に成功した。以来、理化学、環境・工業、自動車排ガス、半導体、医学の分野で各種の分析計測機器の開発・製品化を行い、その数、1000機種以上にもおよんでいる。さらに現在は、偉大でグローバルな中堅企業を目指して積極的な事業展開をはかっている。

2. 分析機器の市場動向

分析機器の先輩である欧米では、最近の市場成長率が2~3%と低く、1週間に1件の割合で生き残りをかけた、企業丸ごと、あるいは関連部門の買収や合併が繰り返されている。今や、分析機器メーカーが、マネーゲームの対象として扱われる現象が起こっている。このような状況下では、大切なお客様に高性能の製品を安定に供給できるかどうかとの疑問が生じる。

一方、日本市場も、欧米同様数%の低成長で、非常に厳しい状況にあることに変わりはない。しかし、大きな相違は、企業の体質や文化が異なる点と、平成7年12月に成立した科学技術基本法および平成8年7月に閣議決定された科学技術基本計画により、日本の科学技術に関する研究開発への概念が大きく変わろうとしている点にある。今後5年間で17兆円の研究開発投資が明らかにされており、これがトリガーとなり、21世紀に向けて分析市場を大きく牽引することが期待される。

3. 真の市場指向の製品開発

メガコンピティションの厳しい市場環境下でナンバーワンの地位を獲得するためには、まず市場指向でなければならない。営業部隊が、お客様に密着し、より正確で迅速な情報を入手することが非常に大切だが、これは必要条件であって十分条件を満たしているとは限らない。真のニーズに対応するためには、世界最高のシーズを準備していなければならない。

(1) シーズ技術の充実と理論限界への挑戦

これまで当社は、pHメータを原点として、電気化学的分析法、イムノアッセイなどの生化学的分析法、蛍光X線による原子スペクトル分析法、赤外・可視・紫外線による分子・電子スペクトル分析法、さらに質量分析法などトップレベル

の技術の構築に努めてきた。しかし、これらの守備範囲は完璧とは言い難く、今後一層の拡充に努めなければならない。

一般に、検出限界を1桁向上させれば市場は急激に拡大するといわれている。理論的な検出限界への挑戦を肝に銘じ、製品ごとに明確なターゲットを定め、高感度化、高速化、小型化、軽量化、低消費電力化、極微量試料化などに対応したいと考えている。

さらに、Windows™など優れたソフトを活用したマンマシンインターフェイスを充実させて、分析の専門家だけでなくだれもが容易に扱える操作性の高い分析機器の提供も重要である。

(2) 自動化・インライン化への対応

市場ニーズへの対応は、分析機器個々のレベルアップをはかる一方で、自動化・インライン化も重要な課題である。

一昔前までの分析機器は、特別な知識や経験を持った分析の専門技術者たちだけが扱える特殊なものだという感が強かった。しかし近年のコンピュータ技術の発達は、だれもが簡単に扱え、しかもスペシャリストと同等の結果が得られる分析装置に著しく改善されている。

例えば、鉄鋼やセラミックス中の数ppm以下の微量成分を分析する当社の炭素/硫黄/水素/酸素/窒素分析装置(EMIA/EMGAシリーズ)では、秤量から分析・データ処理まで全ての操作の自動化をはかっている。これにより、分析現場の省力化はもちろん、人為的な汚染を省くことによってバラツキが少ない信頼性の高い分析が可能となった。

一方、生産現場からの強いニーズとして分析のインライン化がある。化学プラントでは、工程状況をリアルタイムに監視・制御することが、付加価値の高い製品を効率よく作るためにますます重要になっている。

一例をあげると、理化学用のフーリエ変換赤外分光光度計(FTIR)を防爆構造にし、従来のガスクロ方式では不可能だったリアルタイム分析が可能で、プロセス用FTIRガス分析計を開発し、工程管理の高速化・高度化に貢献している。

4. 分析のシステム化に向けて

分析のシステム化はハード面からとソフト面からのアプローチがある。前者の例としては、各々独立した分析機器をコンピュータを介在させてネットワーク化をはかろうとするもので、分析機器の入・出力仕様やコンピュータソフト(OS)の共通化を推進している。

後者は、分析機器の測定結果を相互に関連付けて総合的に解析・判断する、いわば分析業務の高機能化・高付加価値化である。また、信頼のおける標準試料による分析データの管理も分析のシステム化には欠かせない重要な課題である。これには、個々の分析機器メーカーの枠を越えた、分析業界・学会全体の協力が必要になる。世界市場をターゲットとする当社では、JISやISOなど国家的・国際的な標準化プロジェクトにも積極的に参画し、対応している。

5. おわりに

今後、分析機器に対するお客様の要望は、ますます高性能、高操作性、高信頼性、高安定へ向かい、極限の追求に終わりはない。当然、メーカーである我々は、シーズの拡大と技術の向上に勤め、対応に全力を投入していきたい。

一方、全く異なる視点、すなわち地球環境保全や製造者責任(PL)から見た製品開発がますます重要になっている。これらの要求を満たす製品の開発は、時として経済原理と相矛盾することも予想されるが、バランスのとれた、人にやさしい製品開発こそが我々に課せられた最大の責務と考えている。



松田 耕一郎

Koichiro MATSU- Dr Sci.
DA,

分析システム統括部 統括部長
1984年入社
分析システム関連製品の企画、
研究開発、生産、販売を統括
理学博士

Abstract

Of the remarkable achievements of science in the 20th century, the most significant were the development of quantum mechanics and the discovery of the double helix structure of DNA by Watson and Crick in the 1950s. HORIBA was established and marketed the nation's first pH meter in that same era. Our product line of over 1,000 models now covers laboratory instrumentation, environmental monitoring, process control, automotive emission analysis, semiconductor manufacturing, X-ray spectrometry, and medical/clinical diagnosis. In the paper I discuss the current trends of marketing that will promote the analytical instrument industry, the targets for our activities regarding instrumental techniques, and the topic of the systematization of analytical technologies for more diversified applications.



新緑 光明寺 吉永 秀

分析システム統括部の関連製品と技術

Products and Technologies : Administration Division Analytical Equipment & System

岡田 義明
Yoshiaki OKADA

【要旨】

堀場製作所の分析システム統括部が担当する製品と関連技術を用途分野，計測技術ごとに分類整理し，現状にあわせ今後の方向性をまとめた．分析機器は用途分野ごとにそれぞれ異なった思想で設計されるが，本稿ではpHメータとFTIRを例として，理化学用と工業用の製品コンセプトの差を明示した．また，各分野における製品・技術の融合が分析のシステム化の方向性として重要であることを示した．

Abstract

Administration Division Analytical Equipment & System at HORIBA is responsible for products and technologies related to scientific laboratory instrumentation, analytical instruments for process applications, and environmental monitoring systems. The technologies used in those diverse applications range from electrochemical analysis to electromagnetic spectrometry. This paper describes the design concepts applied to laboratory instruments and instruments for industrial applications including pH meters and Fourier-transform infrared spectrophotometers (FTIR). A study on the future expansion of the product line in response to market trends is also discussed.

1. はじめに

分析システム統括部の製品をその利用されている分野で分類すると，1) 理化学・新素材計測分野，2) 工業計測分野，3) 環境計測分野の三つに大別できる．また一方，製品に用いられている計測技術で分類すると，電気化学分析法，電磁波分析法，その他の三つに，さらに電磁波分析法は，吸収，蛍光/発光，散乱など，X線/γ線とに細分化できる．本分類にそって，分析システム統括部の代表的な製品を表1にまとめた．実際には，同じシリーズの製品であっても複数の原理を使用したものもあるので，ここでの分類は一応の目安と考えていただきたい．

これらの製品に関しては，すでに何度か分野別あるいは原理別に本誌で紹介されているので，個々の原理や特徴についてはそちらをご覧ください．本稿では，同じ原理を使用している装置であっても，使用される分野ごとにどのような違いがあるかについて述べる．また，各分野における最近の新しい製品化の方向性についても紹介する．

	電気化学分析法	電磁波分析法				その他
		吸収	蛍光/発光	散乱など	X線/γ線	
理化学 新素材	<ul style="list-style-type: none"> pH計 (F,D,M,B) 導電率計 (OM) 各種イオンメータ (F,B) 	<ul style="list-style-type: none"> 炭素/硫黄分析装置 (EMIA) 7-λ変換赤外分光光度計 (FT-700) 	<ul style="list-style-type: none"> 時間分解蛍光分光光度計 (NAESシリーズ) 発光分光分析装置 (JY) 	<ul style="list-style-type: none"> レーザー回折/散乱式粒度分布測定装置 (LA) 遠心沈降式自動粒度分布測定装置 (CAPA) 高速高感度旋光計 (SEPA) 放射温度計 (IT) ラマン光沢計 (IG) 	<ul style="list-style-type: none"> エネルギー分散形X線分析装置 (EMAX) X線分析顕微鏡 (XGT) 蛍光X線元素分析装置 (MESA) 蛍光X線硫黄分析装置 (SLFA) 放射線γ-ベータ (PA) 	<ul style="list-style-type: none"> 全自動酸素/窒素/水素分析装置 (EMGA)
工業計測	<ul style="list-style-type: none"> 工業用pH計 (α-900,K-10,K-8) 溶存酸素計 (WXA,OXBA) 微量トリウムイオンメータ (ASCA) ヒドリンメータ (HYBA) 	<ul style="list-style-type: none"> 汎用形赤外線ガス分析計 (VIA) ポータブルガス分析計 (PG) 微量ガス分析計 (GA) 7μm用FTIRガス分析装置 (FT-1000) シリカ分析装置 (SLIA) 	<ul style="list-style-type: none"> ポータブルガス分析計 (PG) 	<ul style="list-style-type: none"> 液体中パーティクルカウンタ (PLCA) 濁度計 (WATA) 放射温度計 (IT) 		
環境計測	<ul style="list-style-type: none"> 大気中HC測定装置 (APHA) 水質フェック (U-10) 自動COD測定装置 (CODA) ポータブル水質メータ (WP) 自動アンモニウムイオン測定装置 (AMNA) 自動フッ素イオン測定装置 (FLIA) 	<ul style="list-style-type: none"> 大気中CO測定装置 (APMA) 大気中O₂測定装置 (APOA) ビル内CO₂測定装置 (APBA) 煙道排ガス分析装置 (ENDA) 油分濃度計 (OCMA) 自動全窒素・全りん測定装置 (TONA/TOPA) 有機性汚濁物質測定装置 (OPSA) 汚泥濃度計 (MLSS) 	<ul style="list-style-type: none"> 大気中SO₂測定装置 (APSA) 大気中NO_x測定装置 (APNA) 			<ul style="list-style-type: none"> 大気中SPM測定装置 (APDA)

表1 分析システム統括部が担当する製品
Categorized list of products

2. 使用分野による装置の違い

2.1 pH計

電気化学分析装置の代表であるpH計は、液体中の水素イオン濃度を測るものである。分析計の中でも古くから使用されているものの一つであり、当社の製品群の中で最も早くから世にだしてきたものでもある。それだけに、単に理化学用の機器としてだけではなく、工業用・環境測定用としても多くの製品がラインアップされている。

理化学用と工業計測用のそれぞれの代表的な製品であるF-20とK-10の特長をまとめてみると表2のようになる。

この表を見ると、同じpH計であっても、その製品コンセプトに大きな差があることが分かる。ここに挙げた項目以外にも、両者には大きな違いがある。

例えば、実験室で使用されるF-20にとって、装置デザインは性能の一部であるといってもよいほどに重要な要素となってきた。通常このような機器には、加工のし易さなどから樹脂が使用されており、見た目にもやさしく、感触もソフトなものになっている。

一方、工業計測用のK-10の場合には屋外に設置されることもあるため、堅牢さを重視したステンレス製のボディが採用されている。

特長	F-20(理化学用)	K-10(工業計測用)
操作性	<ul style="list-style-type: none"> ●操作性の追求 日本語対話形式 (pHメータでは初めての漢字表示, エラーも日本語表示) pHの変化をグラフで表示 コードを無くした電極 (コードレス電極) 	<ul style="list-style-type: none"> ●専門知識不要 センサの破損断線表示 センサ異常表示 見易い大型表示 交換簡単カートリッジ式センサ
機能	<ul style="list-style-type: none"> ●機能の追求 多彩な測定条件設定機能 pHメータとイオンメータの1台2役 データメモリ統計 校正日時メモリ 	<ul style="list-style-type: none"> ●制御出力容易 時間比例出力 パワーリレー搭載 6チャンネル制御出力 EEPROMでメモリ内容保護 装置の各種状態の表示・出力 温度出力も可能
省力		<ul style="list-style-type: none"> ●無人化無欠測化 オプションの校正用ユニットで無人化 自動洗浄 2本のセンサで無欠測化

表2 理化学用pHメータと工業用pHメータの製品コンセプト
Design concepts of laboratory and process pH meters

特長	FT-700(理化学用)	FT-1000(工業計測用)
性能	<ul style="list-style-type: none"> ●幅広い利用目的に応える基本性能の追求 分解能, 測定範囲, S/Nなど 	<ul style="list-style-type: none"> ●耐環境性能/安定性の追求 防爆仕様 成分別検出限界 再現性
機能	<ul style="list-style-type: none"> ●データ解析機能の充実 パソコン (Windows™) 仕様 スペクトル検索など多彩なデータ処理 	<ul style="list-style-type: none"> ●プロセス管理機能の充実 測定結果 (濃度値) のリアルタイム表示 システムの自己診断機能
設置環境	周囲温度 15~30℃ 周囲湿度 70%以下	0~40℃ 85%以下

表3 理化学用FTIRと工業用FTIRの製品コンセプト
Design concepts of laboratory and process FTIR spectrophotometer

2.2 FTIR

フーリエ変換赤外分光光度計(FTIR)は、本来、物質に固有の赤外吸収波長と吸収量を高い分解能で測定することにより、化学構造解析を行うものである。近年では、その特長を活かして気体・液体・固体・粉体とあらゆる形態の試料の成分解析や定量分析に幅広く利用されるようになってきている。

FTIRについても先のpH計と同じように、理化学用と工業計測用に分けて仕様を比較すると表3のようになる。表を見ると明らかに、理化学用のFT-700は幅広いユーザーニーズに応えるため実用性が最優先され、「データ解析機能」や「基本性能」といった点に重点が置かれている。pH計の場合と同じようにデザインも重要な要素になっている。

一方、工業計測用のFT-1000では、分析値の信頼性が最も重要である。そのため、単に使用温度の許容範囲が広いというだけではなく、たとえ温度変化があった場合にも十分な安定性を確保するため、とくに心臓部のハードウェアは周囲温・湿度の影響を受けにくい構造になっている。

3. 最近の市場動向と製品の方向性

3.1 理化学・新素材分野

近年、分析装置の性能は、主としてエレクトロニクスの進歩により飛躍的に向上してきている。しかし、その一方で、分析装置がユーザーにとって一層ブラックボックスになっているのも事実である。そのため、ISO 9001やGLP/GMP*に見られるバリデーションのような分析値の品質確保にたいする要求が高まっている。最近の製品には、ユーザーを支援するバリデーションソフトを搭載するようになってきている。

* GLP/GMP
 GLP : Good Laboratory Practice
 動物実験の質的向上をはかり、データの信頼性を確保するために設けられた基準
 GMP : Good Manufacturing Practice
 医薬品の製造および品質管理に関する基準

3.2 工業計測分野

この分野では、実験・研究用からプロセス分野での監視・制御用などまで、その適用範囲は非常に幅広い。最近では、生産性の向上・省力化を図るため、従来にも増して監視・制御用機器のニーズが高まってきている。その一つの現れとして、これまで理化学分野で利用されていた機器のオンライン化がある。今後は、既存の理化学機器の工業計測分野への展開を積極的に行い、理化学機器と工業機器との融合により市場の拡大を図りたいと考えている。

3.3 環境計測分野

環境計測分野は、①大気汚染監視用、②水質汚濁監視用に大別できる。

昨年10月25日付けで大気汚染防止法が改正され、従来の湿式分析法に新たに諸外国で採用されている乾式分析法が加えられた。また、近年大気汚染源としての新有害物質が話題になっている。新有害物質とは、従来の公害規制対象物質のように人体に対して直接的・短期的ではなく、低濃度であっても動植物を含む生態系全体に対して長期的・蓄積的に悪影響がある物質、例えば発癌性物質のようなものである。このような物質として200以上がリストアップされており、順次規制される動きがある。これらの中でベンゼン・トリクロロエチレン・テトラクロロエチレンについては、1997年4月より規制される見込みである。

一方、水質汚濁関係では、近年の湖沼などの閉鎖性水域における富栄養化の原因物質といわれる窒素やりんに対する総量規制の動きがある。これらの規制動向に対応するように、信頼性が高く機器のメンテナンス性にも優れた各種の装置を製品化している。

4. おわりに

以上、分析システム統括部の関連製品および技術シーズの一部を紹介した。その技術、利用分野ともに大変幅の広いことが特徴である。これら幅広い技術シーズと多岐にわたる利用分野でのユーザーニーズとの新たな出会いを求め、今後とも新製品開発に努めていきたいと考えている。



岡田 義明

Yoshiaki OKADA

分析システム企画開発部 副部長
1976年入社
分析システム統括部関連製品の
製品企画開発取り纏め

FTIRオンラインガス分析計の開発 その1. 今ユーザーが求める分析計

On-Line Application of an FTIR Gas Analyzer

館 龍一*
Ryuichi TACHI

【要旨】

化学プラントでは、プロセスのリアルタイム制御を行うため、オンライン型の分析機器の導入がますます重要となっている。一方、このタイプの機器は、各現場の用途や使用環境に応じた仕様でなければならない。このたび、(株)昭和電工と堀場製作所は協力して、FTIRオンラインガス分析計を開発した。本稿では、本分析計開発の背景、目標をプラント管理の面から紹介する。

Abstract

Today's chemical processing plants often demand the simultaneous measurement of multiple components in the processing stream. Typical drawbacks of the process gas chromatography generally used in chemical/petrochemical plants are the range of measurable components is limited by the time needed for separation, and maintenance of the carrier gas and calibration of the column factor are required. HORIBA has developed a process FTIR gas analyzer that provides spectrometric determination and eliminates many maintenance problems. This report describes the practical application of the FTIR gas analyzer installed and used in our ethylene plant, and also discusses the requirements of multicomponent gas analyzers as process instrumentation.

* 昭和エンジニアリング株式会社

1. 開発の目標と技術力

分析機器メーカーの技術・開発担当者の評価は、彼らが今まで世に送り出した製品を振り返って見れば、どのようにしてユーザーの要求に対応してきたかにつける。

評価ポイントとしては、(1)安く、高性能で独創的な分析計は有るか？(2)開発者の目標と市場ニーズが合致しているか？が挙げられる。

新製品を開発するとき、各開発担当者としてクリアすべき項目が、市場(ユーザー)が要求する真の目標か？もしこの目標を満足していれば、営業ゼロでも会社は収益が保証される。

全てを満足する目標を100点とすれば、市場からの要求は70点であったり、時として30点でも可である。しかしながら、この70点は技術屋として100点の技術を保持して初めて70点の段階で市場に出せる。この100点の保有技術とは、ユーザーからの要求に対して新たにゼロから積み上げていくことであり、この点が芸術家や哲学と異なり、先人の技術・知識をフルに生かせる分野といえる。

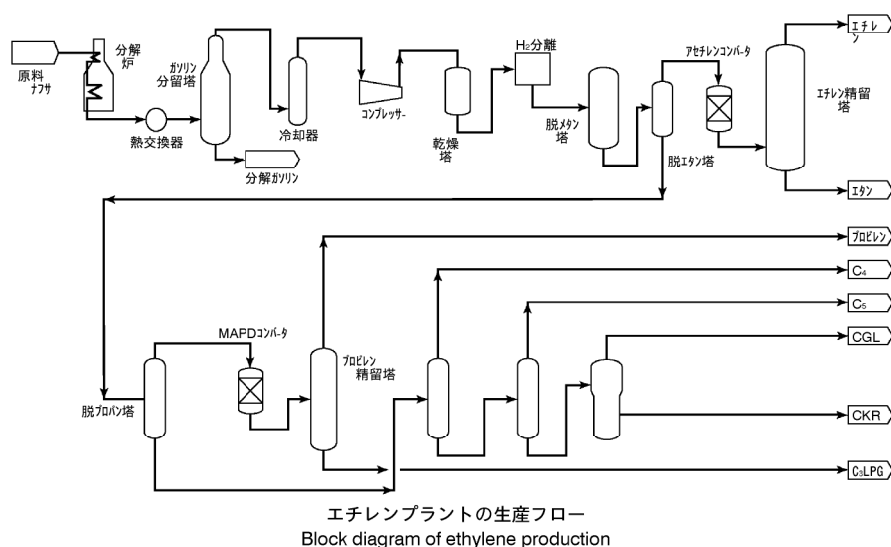
一般に、開発担当者にマーケティングリサーチを行わせる理由は、開発担当者自身が保有・獲得した技術で製品を作れば売れると考えるからである。市場へ出す商品の保有する技術が、市場が求める商品の必要とする技術と合致することが開発のポイントである。一般に、開発担当の技術屋は、自分が保有する技術こそが市場が求めている技術と考え、「こんなに性能の良い製品がなぜ売れないか、なぜ売ろうとしないのか・・・」と不満を持つ。

一方、営業は競合相手に劣る技術、コスト高・・・に不満を持つ。このような状態では、新製品の開発はまず失敗する。

堀場製作所にFTIRオンラインガス分析計の開発を依頼した背景としては、開発済みの技術力の広さと重みである。既存技術の集大成のみでは真の商品はできない。開発者とプロジェクトマネージャーの熱意と保有技術力に負うところが多い。この点は、私達プラント側に立つエンジニアにも要求・追求されることである。

2. FTIRオンラインガス分析計開発の背景

昭和電工のエチレンプラントでは、オンライン・ガス分析計としては約40台のガスクロマトグラフを主として運用している。



昭和43年の第一期建設，昭和51年の第二期建設いらい，製造側の各種要求・仕様を満足させるために改造，追設を行ってきた。現在ではかなり製造側要求仕様を満足していると判断されるが，今後の発展のためには次のような課題が残っている。

(1) ガスクロマトグラフの完成度・信頼性に疑問

① ラボ分析結果との差

サンプリングの場所と時間の違いが主な原因と考えられるが，両者の相関値を見て判断せざるをえないのが現実である。お互いに正しい測定ではあるが，測定結果には差が生じる。

② 定期点検が必要

キャリアガスの純度管理とボンベ交換作業の確保，ガスクロ本体の切り替えバルブの定期交換，そして，カラム劣化に伴うキャリブレーションと標準ガスの品質確保(ガスの物性によっては6ヶ月間)が必要となる。その為，定期点検で専任1名と修繕費がコストインパクトとなっている。現在エチレンプラント2系列でガスクロのキャリアガスの費用は約10M¥である。

(2) 測定点を増やしたい

現在、各エチレンセンターは原料の調達に合わせ、国際市況に早く対応し操業している。エチレンプラントの効率化や、エチレン・プロピレン等の市況に合った分解炉の操業条件の変更は常に発生し、これに合わせ、各工程ごとに確認すべき測定点と測定項目が変化する。これらの要求の変化に素早く対応できる分析計が必要となった。

操業条件の変更は、エチレン生産量の最大化、収益の最大化、エネルギーコストの最小化などのために行われる。

(3) 分解炉出口ガスの分析計が必要

エチレンプラントでは、原料ナフサ等を約800℃でバラバラに分解し急冷するが、この時、分解炉、約10炉を平行運転している。この分解炉への原料の種類(産地別)、分解温度、分解時間などによりエチレン収率が変わる。

また、分解炉で高温分解されるため、チューブ内部にカーボンが堆積し、分解温度が低下する。そこで、分解炉内温度をカーボン堆積に合わせて上げてゆくと、さらにカーボン生成が進む…。約2ヶ月で空気によるチューブ内カーボンを燃焼搬出するデコーキング操作を行い、生産が繰り返される。

このように分解炉の分解条件が刻々変るため、各炉毎の最適操業条件で運転するために各炉毎の出口ガスを測定したい、という操業者側からの強い要望がある。ところが、ガスクロで各炉の重質成分まで測定するためには10台以上のガスクロが必要となる。

そこで、求められたのが「このガスクロに変わる分析計は？」であった。

3. FTIRオンラインガス分析計の開発

ちょうどこの時、堀場製作所では自動車排ガスの同時多成分測定装置MEXA-FTシリーズが開発されていた。私たちの強い要望が、タイムリーにホリバのこの分析計と出会うことができたのは幸運であると同時に、お互いに熱意があったためと思う。

(1) 開発目標

具体的に開発すべきFTIRオンラインガス分析計には、新たに以下の項目が加えられた。

- ① 現状のガスクロと同等の精度と分解能を有すること。
- ② メンテナンスフリーで約3年間連続運転すること。
- ③ 防爆エリアで使用できること。

(2) 段階的な開発

このような目標を達成するために、開発計画をSTEP-1よりSTEP-3まで立てた。

STEP-1 ; FTIR方式自動車排ガス分析装置MEXA-2000FTによるフルドデータの取得

- ガスセルの方式に目処をたてる
- 測定成分とレンジに合ったガスセルの方式の選択
- 測定ガスの組成の解析
- 計算アルゴリズムの検討

STEP-2 ; 試作機の製作

- ガスセル、光学系・干渉計の最適化
- 計算法、校正・処理法の最適化
- 防爆化
- スターリングエンジンとペルチェ冷却センサの評価

STEP-3 ; 製品の製作

4. おわりに

今回の共同研究の結果、FTIRオンラインガス分析計FT-1000として、当初計画を満足する製品ができ、その1号機を当社のエチレンプラントに設置できたことは、多くの皆様の開発に対する熱意と暖かいご支援のおかげである。本誌を借り深謝する。

今後、2号機、3号機…とユーザーの種々の要求に応え、さらに洗練されたFTIRオンラインガス分析計が市場に供給されることを願っている。



館 龍一

Ryuichi TACHI

昭和エンジニアリング株式会社
大分営業所 工務部 (計装)
主席

FTIRオンラインガス分析計の開発 その2. プロセス用ガス分析装置 FT-1000 Development of the FT-1000 Gas Analyzer, a Process FTIR Instrument

横井 雅樹・佐竹 司
Masaki YOKOI and Tsukasa SATAKE

【要旨】

FTIRは赤外線吸収特性を利用して各種物質の同定を行う分析装置として幅広い分野で使われている。堀場製作所は、エチレンなど各種の化学プラントのプロセス用FTIRガス分析装置FT-1000を開発した。応答時間(T₉₀)が10秒以内と速く、内圧防爆構造の本装置は、プラントの生産ラインにおけるプロセスの状態のリアルタイム監視に活用できる。本稿では、FT-1000のシステム構成と特長を述べる。

Abstract

FTIR spectrometry is a versatile technique for instantly identifying various gas molecules that absorb energy in the infrared region. The FT-1000 Gas Analyzer, an FTIR instrument, was developed by HORIBA for use as process instrumentation with a typical response time of 10 seconds (T₉₀) at a sample flow rate of 20 l/min. The FT-1000 also makes it possible to measure various gas streams at multiple sampling points with a single unit by a simple switching of sample lines. The instrument is housed in an explosion-proof. The basis of this instrument is being successfully applied in automotive emission laboratories, where the rapid determination of various components in automobile exhaust is required. This paper reports the details of the FT-1000 and its field application in petrochemical processing plants.

1. はじめに

堀場製作所のフーリエ変換赤外分光光度計(FTIR)は、汎用型と自動車排気ガス測定専用機とに大別できる。

汎用型は、主に化学や食品、医薬品業界などにおける研究開発や品質管理用として、多方面で利用され、最近、さらにその応用範囲を拡大している¹⁾。また、自動車の排気ガス測定では、従来、非分散形赤外吸収法(NDIR)や水素炎イオン化検出法(FID)などが主に利用されていたが、多成分の同時測定や、従来法では検出が困難な成分の測定のために、FTIR法が導入されている²⁾。

一方、化学プラントなどのプロセス計測の分野で、プロセスの組成状態を正確かつリアルタイムに把握することによって、生産性の向上をはかりたいというニーズがある。従来は、プロセスガスクロマトグラフ(PGC)による組成分析が中心であったが最近、より高速で多成分の同時分析が可能な方法として、FTIR法



図1 プロセス用 FTIRガス分析装置 FT-1000
The FT-1000 Gas Analyzer

の適用が検討されている。

本稿では、長年にわたるプロセスガス分析技術と、先進のFTIR技術およびコンピュータ技術を融合し、新たに開発したプロセス用FTIRガス分析装置FT-1000(図1)のシステム構成とその特長を中心に、用途例や今後の展開について述べる。

2. FT-1000のシステム構成と特長

2.1 システム構成

FT-1000の基本原理は汎用型赤外分光光度計³⁾と同じだが、生産の現場で使用できるように、特に次の諸点を考慮してシステムが構成されている。

- ① 装置を防爆構造とする。
- ② 検出器の冷却用に液体窒素が不要。
- ③ 心臓部の干渉計が振動や温度など環境変化の影響を受けない。
- ④ 大型コンピュータが不要。

FT-1000のシステム構成(図2)を示す。

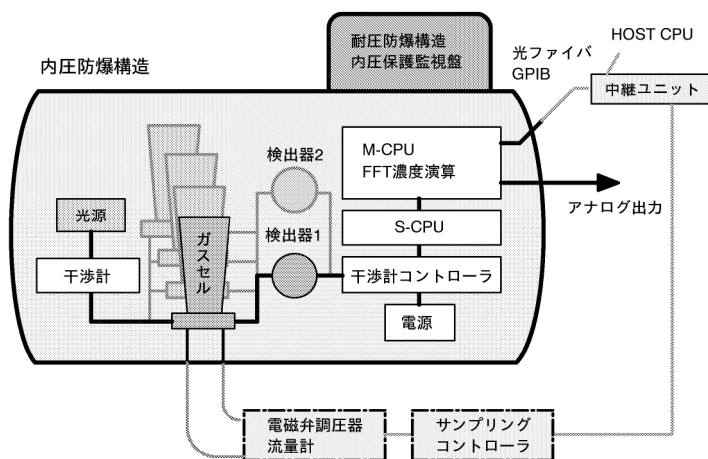


図2 FT-1000のシステム構成
Schematic diagram of the FT-1000

2.2 特長的な機能

(1) 高速応答性

プロセス制御にFTIR法を利用するメリットの一つに高速応答性がある。

FT-1000は、90%応答時間(T_{90})10秒以下を実現し、リアルタイム計測による確実で最適なプロセス制御を可能とした。また、プラントの異常時に、特定成分の濃度変化だけでなく、特に赤外吸収スペクトル全体の解析により、プラントに発生した異常の診断に役立てることも可能である。

図3にエチレンプラントにおいてプロパジエンの濃度をFT-1000とPGCとで測定したときのトレンドグラフを示す。FT-1000が高速応答により、濃度変化に良く追従していることが分かる。

なお、低濃度領域を測定するための10mガスセルは、セル内のガス置換効率を良くするように工夫した(実開平5-3988)。図4に同セルの応答時間を示す。高速応答性により、1台の分析計で多点測定が可能となった。図5にサンプリングフローの一例を示す。

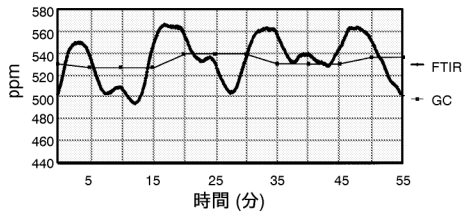


図3 FTIRとPGCによるプロパジエン濃度のオンライン測定結果
Measurement results of propadien using the FT-1000 and PGC

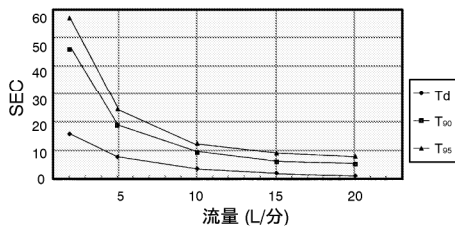


図4 10mセルの応答速度
Response time of 10m gas cell

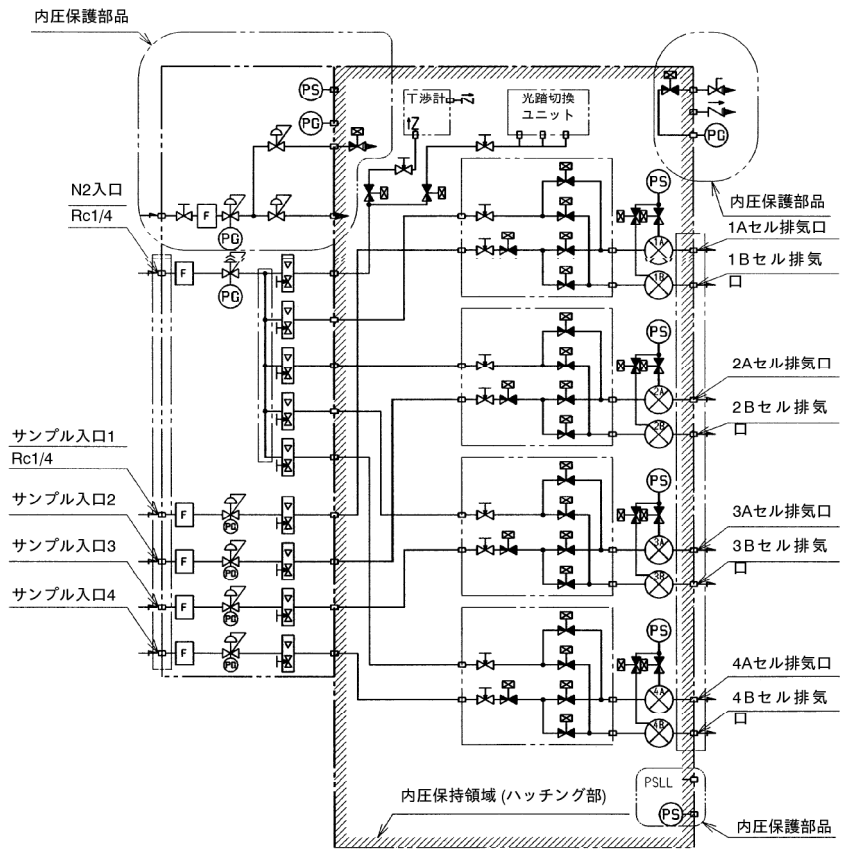


図5 FT-1000のサンプリングフロー例
Sampling flow of the FT-1000

(2) 多成分同時連続測定

高速応答性と測定原理上、全波数領域の赤外吸収スペクトルを同時に測定できることにより、赤外領域に吸収があるあらゆる物質の多成分同時連続測定が可能である。

(3) 内圧防爆構造

通風式内圧防爆構造を採用し、爆発の危険性が高い現場での装置の設置が可能である。

(4) 高感度・高精度測定

検出器およびセル長の最適化や、コンピュータによる分解能および測定時間の最適化により高感度で高精度な測定が可能である。

3. 要素技術

このような特長的な機能を発揮させるため、FT-1000には次のような要素技術を開発した。

3.1 検出器

FTIRをプロセスに利用するためには、検出器は高感度であると同時に、液体窒素の補給など、煩わしい保守作業から開放することが重要となる。FT-1000では、測定対象ガスの成分、濃度、測定精度に応じて、次の三種類の中から、最大二種類の検出器を選択できるようになっている。

① 焦電検出器:DLATGS

焦電効果を利用した熱型検出器で、観測する赤外領域において波長感度特性が平坦である。

成分	セル長	測定濃度範囲
CH ₄	10m	0~0.1%
CH ₄	2.4m	0~0.02%
C ₂ H ₂	10m	0~0.02%
C ₂ H ₂	2.4m	0~2.0%
C ₂ H ₄	10/2.4m	0~100%
C ₂ H ₆	10m	0~0.35%
C ₂ H ₆	2.4m	0~30%
C ₃ H ₆	0.6m	0~100%
C ₃ H ₈	0.6m	0~2.0%

表1 セル長と測定濃度範囲
Measurement range vs. cell length

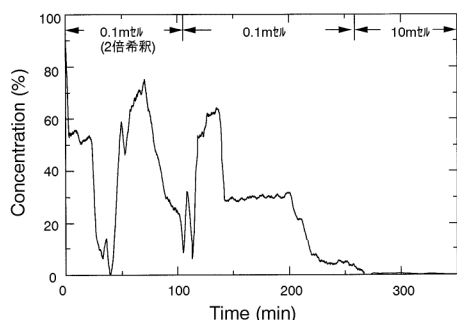
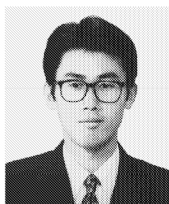
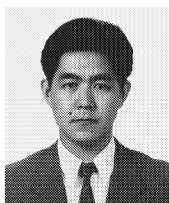


図6 プラント立ち上げ時のプロピレン濃度の変化
Propylene concentration at the starting of ethylene plant



横井 雅樹
Masaki YOKOI

分析システム企画開発部
1994年入社
環境・工業計測関連製品の企画



佐竹 司
Tsukasa SATAKE

科学計測開発部 係長
1982年入社
理化学及び理化学応用製品の開発

② ペルチェ冷却式MCT検出器

ペルチェ冷却方式の半導体検出器で、低波数域では900cm⁻¹までの検知が可能である。

③ スターリングクーラ式MCT検出器

液体窒素温度レベルに冷却可能で最も高感度な検出器であり、連続2万時間の運転が可能である。

3.2 測定セル

測定セルは、測定対象ガスの種類、濃度、濃度変化、妨害成分の影響などに応じて、セルの異なる(0.1, 0.6, 2.4, 10m)4種類の中から最適なものを選択する。一般的には、0.1mの短光路セルは%オーダーの高濃度なガス測定に、また0.6m/2.4m/10mの長光路セルはppmオーダーの低濃度なガス測定に用いる。これら4種類のセルを組み合わせることにより広い濃度範囲に対応できる。表1にセル長と各成分の測定濃度範囲の一例を示す。

さらに、短光路セルと長光路セルを直列に組み合わせることで、プラントの立ち上げなど急激な濃度変化を捉えることもできる(特願平7-207890)。図6にエチレンプラントの立ち上げ時にプロピレン(C₃H₆)を測定した例を示す。

4. 主な仕様

FT-1000の主な仕様を表2に示す。

測定対象	各種プロセスガス
測定原理	フーリエ変換赤外分光法
構造	内圧防爆構造 rG4
測定ガスの爆発等級及び発火度	2G4
測定成分と濃度レンジ	用途、測定精度によりセル長、検出器、濃度演算ソフトを最適化
応答速度 (T ₉₀)	20l/minの場合10秒 (試料流量による)
再現性	フルスケールの±1%以内
直線性	フルスケールの±1%以内
分解能	測定成分と共存成分によって1, 2, 4, 8, 16cm ⁻¹ から選択可能
測定幅	0~150%T (透過率) ±3Abs (吸光度)
干渉計	マイケルソン干渉計
検出器	ペルチェまたはスターリングクーラ冷却 MCT, ペルチェ冷却 MCT, DLATGSから最大2種搭載可能
セル	マルチセル対応 (最大4種) 0.1, 0.6, 2.4, 10m
入出力	濃度出力 4~20mA, 接点入出力, 光GP-IB通信(オプション)

表2 FT-1000の主な仕様
Typical specifications of the FT-1000

5. おわりに

以上、プロセス用FTIRガス分析装置FT-1000のシステム構成、要素技術を紹介した。FT-1000の最大の特長は多成分同時連続分析が可能である点にあるが、この点は石油精製過程での多成分蒸留モニタや重合・分解等の反応モニタをはじめ、LPGや都市ガスプラントなど、各種のプラントでの新たなニーズを広げるものと確信している。今後は、液体サンプルへの応用も含め、汎用機器とプロセス機器の融合により応用範囲を拡大していきたい。

参考文献

- 1) 平石次郎 編, “フーリエ変換赤外分光法-化学者のためのFT-IR” (1985)
- 2) 井上香他, “FTIR方式エンジン排ガス測定装置MEXA-4000FT”, Readout, No.9, 63-69 (1994).
- 3) 西村克美, “高性能FTIR FT-700シリーズ”, Readout, No.10, 69-74 (1996).

鉄鋼製造プロセス制御における分析技術

Analytical Techniques for Quality Control in the Steel-making Process

小野 昭紘*・植村 健

Akihiro ONO and Takeshi UEMURA

【要旨】

我が国の鉄鋼業が目指す、付加価値を高めた高級鋼の製造プロセスのための分析技術には、特に非鉄金属成分をターゲットとする微量域成分の迅速分析と極限までの高速化の追求が課題である。この微量化と高速化の課題解決に向けて分析分野が挑戦している各種の研究開発の内容を、製造プロセスにおける技術動向と現行の分析技術とを対比して解説した。そして最後に、将来の鉄鋼プロセス制御のための分析技術のあるべき姿と私見を述べた。

Abstract

The instant, on-line analysis of trace amounts of impurities is the key to producing high quality steel, which is a product of distinctly higher added value for the steel industry. This report describes our studies on the analytical techniques needed to produce high quality steel, reviewing the on-line analysis of the impurities in steel, especially non-metallic or gaseous elements, the analysis of super-low-carbon steel, and the use of automated analysis systems for better detectability at higher determination speeds. The report also includes a discussion of an optimal analysis system for future application to the steel-making process.

* 新日本製鐵株式会社

1. はじめに

鉄鋼生産の中心は、欧米、日本から中国、韓国をはじめとするアジア圏へと移ってきている。鉄鋼業は今や成熟産業の域に入ったと言えるが、世界一の技術水準を誇る我が国の鉄鋼業が生き延びるには、通常鋼種の量産ではなく付加価値を高めた高級鋼の生産にさらに力点をおく必要がある。

したがって、精密で複雑となる製造プロセス制御のため、および生産性の向上を追求するために、より高度の分析技術力が要求される。要求される分析技術は、質的に高度になる以外にそのカバー範囲も必然的に広範囲なものとなる。鉄鉱石から金属鉄を造り出す製鉄プロセス、銑鉄を精錬して物理的、化学的に強い鋼を造り込む製鋼プロセス、鋼板に耐蝕性や溶接性など実用的特性を付加する表面処理プロセスなど多くのプロセスが対象となり、化学分析、ガス分析、機器分析、表面界面解析など広い分析技術が関与してくる。

これらのプロセスは基本的には化学反応をベースにしている関係上、各プロセスの制御、管理のために関与する化学成分濃度を常時モニターすることが重要かつ必須となる。特に高級鋼の製造プロセス制御には、鋼中の微量不純物成分を精度よく定量できる分析技術の開発および生産性向上の追求から分析の高速化が要求されている。

ここでは特に最大のターゲットとなっている非金属成分の微量分析と分析の自動化、高速化の各技術開発について述べる。

2. 鉄鋼製造プロセス制御における分析の課題

鉄鋼製造の各プロセスは、製鉄プロセスでの鉄鉱石のコークスによる金属鉄への還元反応や製鋼プロセスでの銑鉄中Cの酸素吹錬による脱炭など、主に化学反応を基礎にしている。そのために、これらの操業管理には反応に関わる化学成分濃度の変化を把握する分析が必須となる訳である。

しかし、鉄鋼生産の歴史は古く、これまでに蓄積された技術やノウハウなどにより、通常鋼種の鉄鋼生産は分析分野を含めて、いわゆる成熟した技術レベルに支えられて円滑な操業が行われていると言っても過言ではない。

昨今の鉄鋼製造プロセスで問題として上げられる成分はC, S, N, O, H, P, Ca, B, Al等、Al以外は非金属成分であり、特にC, S, N, O, Hのガス成分に絞ることができる。

これは付加価値を高めた高級鋼の生産が増加してきたためである。その一例としては、超深絞り性、加工性や耐蝕性などを向上させた自動車用鋼板に多用される極低炭素鋼などがあげられる。非金属成分の内、ガス成分と称される成分の低減により向上する鉄鋼材料特性を表1に示した。これらの不純物成分を低減した鋼種の生産には、新しい製鋼技術の開発が精力的に行われている。この鋼の清浄化が進み、非金属成分の含有率は年々低減している。雀部¹⁾は、鋼中不純物成分の精錬による低減の経年変化を統計処理し、西暦2000年にはC: 4ppm, N: 6ppm, O: 3ppm, H: 0.5ppm, P: 3ppm, S: 0.6ppmまで低減されることを予測している。このような状況から、上述の非金属成分を対象とした微量域濃度における高精度分析法の開発が課題の一つである。また一方、高級鋼生産のための製造プロセスの多段化、精密化が進む中での溶鋼温度低下による熱エネルギー損失および耐火材損失を防ぐための分析の迅速化、高速化が強く要請されている。この分析の高速化は、分析値の質の低下が許されない上に、分析コスト、分析要員の削減も合わせて期待される。

以上述べたように、今日の鉄鋼製造プロセスにおける分析の課題は、第一に微量非金属成分の迅速分析法の開発、第二に極限までの分析所要時間の短縮、操作の簡易性とそのシステム化の達成であると言える。

3. 非金属成分の微量分析技術

図1に極低炭素鋼の製造プロセスにおける溶鋼の成分分析の実際例を示した。分析方法は溶銑段階では蛍光X線分析法、溶鋼段階では発光分光分析法とガス分析法など迅速性に優れた方法が採用されている。また、非常に多くの分析成分が対象になっているが、ほとんどが微量域であることが特徴である。

鋼中ガス成分	向上する材料特性
C	深絞り性
S	熱間加工割れ抑制, 耐蝕性
N	深絞り性
O	延性, 疲労強度
H	熱間加工割れ, 遅れ破壊抑制

表1 鋼中ガス成分の低減化による鉄鋼材料特性の向上
Elements that cause the characteristics of steel

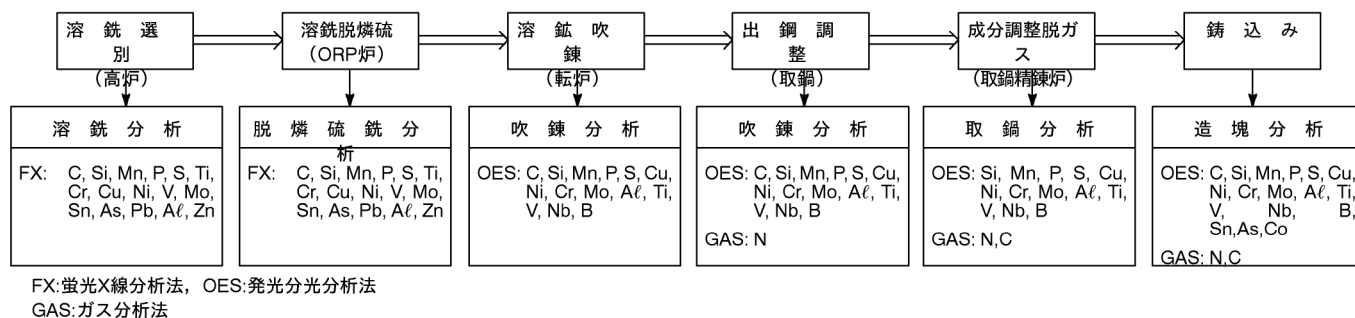


図1 極低炭素鋼の精錬プロセスにおける分析方法および成分
Analytical methods utilized in refining process of super-low-carbon steel

そこで、当然問題になってくるのが分析方法の定量下限である。発光分光分析法による微量成分の定量下限を図2に示した²⁾。図2にはこの共同実験を実施した1985年当時の生産鋼種に含有される不純物成分の下限濃度(C: 10ppm, P: 20ppm, S: 5ppm, Al: 10ppm, Ca: 2ppm, B: 1ppm)を併記した。この結果によれば、発光分光分析法の定量下限については、その日安を再現精度における相対標準偏差を30%とした場合にはP, S, Ca, Bは生産鋼種の下限濃度をカバーできるがAlはやや不足し、Cはカバーできない。また、相対標準偏差を10%とした場合にはPだけはカバーできるが、他の成分については対応できないことになる。

発光分光分析法は多元素同時定量で迅速性に極めて優れるために、プロセス管理に必須の分析方法である。まだ微量C定量には工夫の余地がみられるが、上記のような微量成分全体への対応は原理的に限界にきている。N³⁾やOへの適用の試みがなされているが、微量域への対応は早急には実現できない。迅速性を維持して微量定量を実現するための試みとして、著者ら⁴⁾は励起源をスパークからグロー放電に、検出を光から質量に変えたグロー放電-質量分析法(GD-MS)を、石橋ら⁵⁾はレーザーを照射して蒸発させた微粒子をArプラズマに導入して発光させるレーザーアブレーション-ICP分析法を検討した。前者では金属成分以外に、特に微量のC, N, Oの同時定量の可能性を、後者ではほとんどの微量の金属成分の同時高精度定量について報告している。しかし、これらの方法が現行のスパーク発光分光分析に置き換えられるにはまだ時間を要する。

また、現在発光分光分析法では定量できないN, O, Hや、より極微量のCなどはガス分析法によって分析される。雀部によるガス成分の精錬限界予測値¹⁾とガス分析法による定量下限⁶⁾を表2に示した。特に近年の鋼の清浄化を目的にした精錬技術の進展は目覚ましく、高純度鋼の製造プロセス管理にこれらガス成分の分析が十分に機能しているとは言えない。特にCについては分析技術の立ち遅れが目立つ状況である。精錬限界の将来予測をみると、いずれもこれらガス成分の高感度、高精度、しかも迅速に分析できる新技術の開発が急がれていることが明白である。

田中ら⁷⁾は、試料表面に付着する汚染Cを分離定量する電気抵抗炉加熱-波形解析法による微量C分析法を提案した。また、(社)日本鉄鋼協会の鉄鋼分析部会でも微量炭素分析法研究小委員会を組織化し、またISO/TC17/SC1(国際標準化機構/鉄鋼の化学成分分析法)でもWGが組まれて国際共同実験が実施された。一方、著者らも極微量Cの真値を追求する目的でクロスチェック分析法として、現行燃焼赤外線吸収法(O₂気流中で燃焼して鋼中CをCO₂に変換)の原理と異なる新しい方法を提案した⁸⁾。この分析装置の概略構成を図3に示したが、鋼試料を水素雰囲気中で1100℃で加熱して炭素化合物を分解し、Cを試料粒表面へ拡散させ、CO(最初に生成したCH₄が分解して生成)に変換して熱伝導度検出器(TCD)で測定するものである。予備加熱処理-高周波誘導加熱法との比較実験を行いほぼ一致した結果を得た。

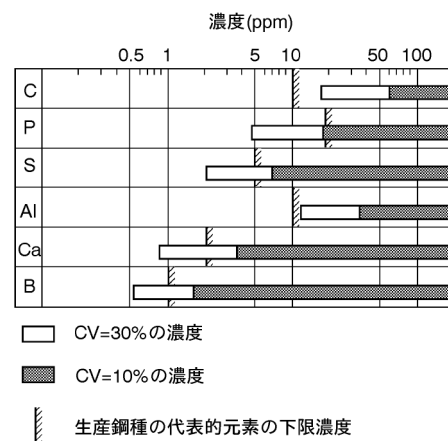


図2 発光分光分析法による微量成分の定量下限²⁾
Determination limits of elements by standing emission spectrophotometry

元素 (ppm)	精錬限界			現状のガス分析法の定量下限
	現状	2000年予測	2010年予測	
C	6	4	1.5	8
S	0.9	0.6	0.2	1
N	10	6	3	4
O	4	2	1	1.5
H	0.7	0.5	0.3	0.5

表2 鋼中ガス成分の精錬限界¹⁾とガス分析法による定量下限³⁾との比較
Requirements of high-quality steel and determination limits by the standing gas analyses

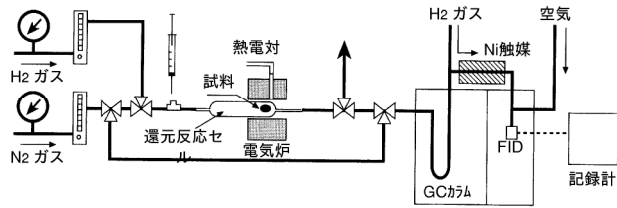


図3 水素還元法による高純度鋼中微量炭素定量システム
Schematics of low carbon determination system in the hot hydrogen extraction process

ガス分析法は、鋼試料からガス成分を系外に抽出する過程での正確さが問題になる。燃焼赤外線吸収法ではCの全量がCO又はCO₂に変換されたのか、不活性ガス融解法ではNの全量がN₂に、Oの全量がCOに変換されたかである。これらのガス成分は鋼中では炭化物、窒化物、酸化物を形成しており、鋼の化学成分組成や熱履歴によっては極めて安定化した化合物を形成する。したがって、熱分解挙動や融解浴中での溶解度など熱力学的な基礎研究が必要である。また、ppmレベルの不純物成分を正確に分析する訳であるから、上述のような原理の異なる方法によるクロスチェック、あるいは化合物組成の明確な高純度試薬(C：蔗糖，N：KNO₃⁹⁾，O：K₂Cr₂O₇¹⁰⁾を基準に用いる回収率の検討などあらゆる角度からの真値追求の努力が必要と考える。

4. プロセス分析の高速化とシステム化

通常鉄鋼製造プロセスの制御に活用される発光分光分析法は、溶鋼試料採取に1分、気送管による分析センターまでの試料の搬送時間が2～3分、切断・研磨等の試料前処理時間に1分、分析に1分の合計5～6分程度の時間を要している。しかし、例えば微量Cのガス分析法の場合は、正味の分析時間は1分で済むが、試料前処理時等で汚染されるCの除去を電気抵抗加熱炉法では400℃で10分の加熱処理を行うなどさらに時間がかかる。最近では高周波炉法で30秒の加熱処理でよいという報告もある。

分析の高速化の具体的な手法としては、自動化、無人化、あるいは分析装置を溶鋼の存在する製造現場に持ち出すオンサイト化、さらには製造プロセスに分析装置を組み込んで分析情報を連続して提供するようなオンライン化などが試みられている。

自動化を実施した報告例の一つを図4¹¹⁾に示す。

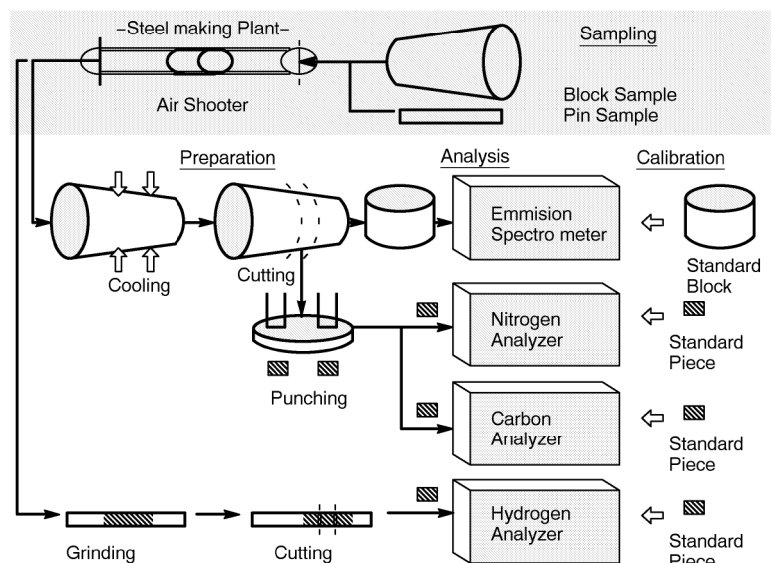


図4 鉄鋼製造プロセスの制御のための全自動分析システム¹¹⁾
Scheme of the analysis system fully automated for quality control in the steel-making process

この自動化の特徴は、発光分光分析、蛍光X線分析そしてガス分析(C, S, O, N, H)をすべて一室に集めて自動システム化し、試料調製から分析までの操作の完全無人化を図ったことである。本自動化システムは分析試料を一ヶ所に集める分析センター方式であるが、各工場に分析装置を張り付けるオンサイト分析^{12,13)}も採用されるようになってきている。この方式は、試料の気送が不要なために分析時間が短縮できることが最大のメリットとなる。これらの自動化やオンサイト化は西欧の鉄鋼業界が一步先んじているが、採取した鋼試料を如何に短時間で分析試料として調製するかが重要となる。機器分析用ディスク試料片とガス分析用打ち抜き試料片の同時調製が一般的となっているが、西欧からの技術の導入によるところが大きい。このオンサイト分析よりもさらに分析時間の短縮を狙った方式がオンライン分析である。著者等が世界に先駆けて実施した転炉操業における溶鉄中のMnのオンライン分析システム^{14,15)}を図5に示す。本研究は、転炉の酸素吹錬操業でCとFeの酸化反応によって溶鉄面に発生する2500°Cの火点において原子化が起っていることを見出したことで始まった。火点で発生するMnとFeの原子発光スペクトルを光ファイバーによって分光器と二色高温計に伝送し、Mn発光強度のFe内標準、溶鉄温度、自己吸収等の補正を行ってMn濃度を連続的に求める方法である。

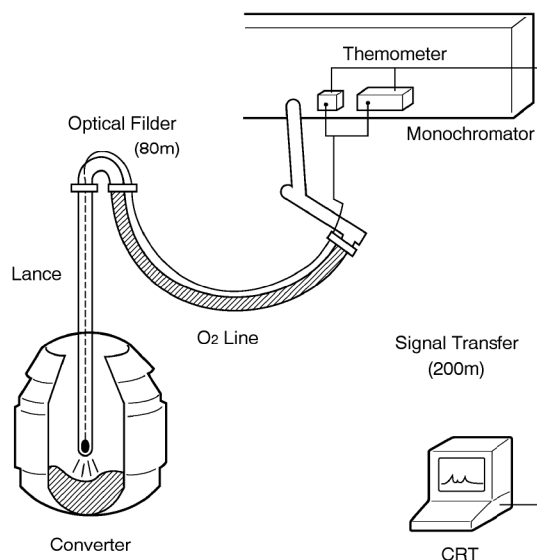


図5 転炉精錬制御のための溶鉄中マンガン成分のオンライン分析システム^{14,15)}
On-line analysis system of manganese in molten iron for quality control in the converter

オンライン分析法はリアルタイムで連続的に分析情報が得られる点が特長であるが、まだ限られたプロセスで限定された成分の分析しかできないのが実状である。ガス成分については、不活性ガスを溶鋼中に吹き込んで回収してくるH¹⁶⁾およびN¹⁷⁾の分析法が試みられている。これらについても溶鋼中に挿入する耐火物製のプローブの耐久性やコストに課題が残っている。

以上のように、プロセス制御を目的にする分析法は微量域成分を高速で分析することが要求される。したがって、従来の発光分光分析法から脱皮した考え方で新たな試みが必要である。

5. おわりに

鉄鋼製造プロセスの制御のための分析法の理想の姿を図6に示してみた。現行の機器分析法、ガス分析法による分析法の微量化対応と極限までの高速化の追求が課題である。

具体的には、現行の発光分光分析法、蛍光X線分析法、ガス分析法の高感度化と高速化により上記の課題を解決する努力が必要である。上述のGD-MSやブロック試料を直接対象とするICP分析法¹⁸⁾あるいはオンサイト分析法やオンライン分析法など新しい分析法の開発も積極的に挑戦していかなければ課題の解決は困難となろう。また、非金属成分(C, S, N, O, H, P, Ca, B, Al)の微量分析以外に、市中スクラップ利用製鉄で課題となってくるトランプエレメント(Cu, Sn, Pb, Sb, Bi, As)の微量分析がプロセス制御に必要なときも近いと思われる。

これらの課題には、分析技術者が減少している状況からも、今後は分析装置メーカーへの期待はますます大きくなる。

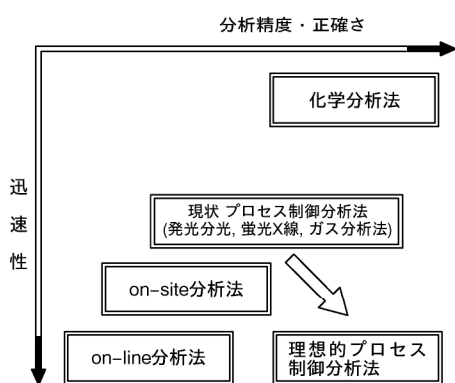
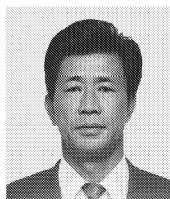


図6 鉄鋼製造プロセス制御のための分析の将来像
An optimal analytical system for future application to the steel-making process

参考文献

- 1) 雀部 実：第143回，第144回西山記念技術講座（日本鉄鋼協会），p.1（1992）
- 2) 小野昭紘：鉄と鋼，77，p.1809（1991）
- 3) 千葉光一ら：鉄と鋼，82，p.47（1996）
- 4) 田中幸基，小野昭紘，佐伯正夫，菊地修，高張友夫：鉄と鋼，77，p.1843（1991）
- 5) 秋吉孝則，坂下明子，石橋耀一，望月 正，城代哲史：材料とプロセス，8，p.579（1995）
- 6) 稲本 勇：日本金属学会シンポジウム講演概要，p.98（1992）
- 7) 田中清之，伴 弘一：Readout，No5，p.29-35（1992）
- 8) 西藤将之，早川泰弘，小野昭紘，田中龍彦，水池 敦：分析化学，43，p.455（1994），日本金属学会誌，60，p.205（1996）
- 9) Akihiro Ono, Yasuhiro Hayakawa, Kazuhiro Ueki, Junji Okayama and Kouichi Ban：Analytical Sciences，10，p.393（1994）
- 10) 鈴木敬彦，富山茂樹，村瀬 昇：電気製鋼，58，p.190（1987）
- 11) 大野義信：鉄と鋼，81，p.433（1995）
- 12) 仁部晴美，黒崎将夫，笠井茂夫：分析化学，37，T133（1988）
- 13) 永田昌嗣，杉本和臣，吉川裕泰，船曳佳弘，野村光一，新井幸雄：材料とプロセス，8，p.577（1995）
- 14) 千葉光一，小野昭紘，佐伯正夫，大野剛正：分析化学，37，p.365（1988）
- 15) 大野剛正，千葉光一，小野昭紘，佐伯正夫，山内雅夫，金本通隆：鉄と鋼，77，p.805（1991）
- 16) 早川泰弘，小野昭紘，佐伯正夫，妹尾健吾，木村秀明：鉄と鋼，77 p.1527（1991）
- 17) O.J.Plessers, E.Vangelooven, P.Wollants, J.R.Roos and K.Urata：材料とプロセス，5，p.1011（1992）
- 18) 近藤裕之，小野昭紘，植村 健，南 孝明：分析化学，45，p.777（1996）



小野 昭紘

Akihiro ONO, Dr.Sc.

新日本製鐵株式会社
技術開発本部 先端技術研究所
主幹研究員
理学博士



植村 健

Takeshi UEMURA

科学計測開発部 マネージャー
1994年入社
材料分析関連装置の研究開発

自動炭素・硫黄分析装置 EMIA-820FA

EMIA-820FA Automated Carbon/Sulfur Analyzer

平野 彰弘・水田 雅夫
Akihiro HIRANO and Masao MIZUTA

【要旨】

鉄鋼をはじめとするあらゆる分野において、材料中の炭素・硫黄分析装置が使用されている。近年、装置に対する要求が高度化・複雑化を辿っているなか、省力化・合理化要求も根強く、弊社においてもこれに配慮して装置をラインナップしてきた。最近では安全性を重視した要求が増加しており、操作性と両立させた装置が望まれている。これらの要求を踏まえてラボユース向けの自動炭素・硫黄分析装置EMIA-820FAを開発した。本稿では、EMIA-820FAの測定原理、構成、特長ならびに機能について紹介する。

Abstract

The need for the automatic analysis of a number of steel samples in the laboratory in the steel-making process led us to develop an automated carbon/sulfur analyzer, the EMIA-820FA. Up to 20 pre-weighed samples can be charged in the transfer mechanism which automatically feeds the samples at an analysis interval of 2 minutes. The high frequency furnace of the analyzer module can operate at a variable current (~ 500 mA) for the selectable extraction of carbon. The analyzer module and the sample transfer mechanism are housed in a console. In this report, the principle of operation, the control of extraction temperature, a schematic diagram of the sample transfer mechanism, the specifications, and several devices to provide safe operation of the EMIA-820FA are described.

1. はじめに

当社の炭素・硫黄分析装置は、1979年にEMIA-1200を製品化して以来800シリーズで第四世代を迎えた。この間、多くの分野で導入していただき、さまざまなご要望・指導から得られた貴重な情報をもとに、改良・改善を重ね現在に至っている。

炭素・硫黄分析装置は、主に研究開発や品質管理に使われているが、近年の人件費削減・合理化の流れにより、自動化・無人化への要望が高まっている。

自動化・無人化の流れは、測定検体数は比較的少ないものの、対象試料が多品種に渡る研究開発用としての装置、測定検体数が多いものの、対象試料が比較的少品種である現場の品質管理・工程管理用としての装置という二つの方向に大別

できる。これらに対応した自動化装置¹⁾も販売しており、ユーザーのいろいろな要求に対応している。

最近では安全性を重要視する要求が増えている。しかしながら一般的に安全性のみを重視した場合、分析上重要である操作の容易さなどが犠牲になってしまう傾向がある。

我々は、安全性と操作性の両立、さらに小型化に配慮し、高周波燃焼炉を有するEMIA-820をベースにして、ターンテーブルと搬送機構を装着したEMIA-820FAを開発した。以下にその原理、装置構成、特長および機能について紹介する。

2. 測定原理

EMIA-820シリーズの測定原理を図1に示す。

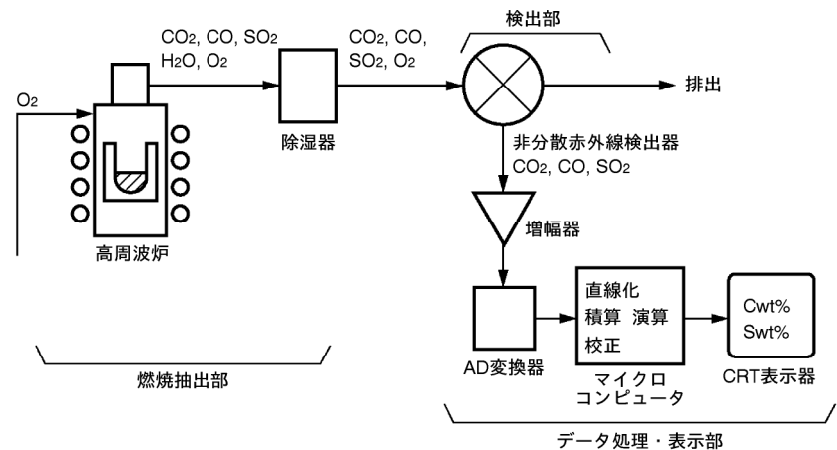


図1 EMIA-820のフローダイアグラム
Schematic diagram of EMIA-820 Series

酸素気流中において試料を高周波誘導加熱炉にて酸化反応させると、試料中に含まれる炭素は主に二酸化炭素(一部は一酸化炭素)に、硫黄は二酸化硫黄に、水素は水分に変換される。

このうち水分は脱水剤(過塩素酸マグネシウム)により除去した後、酸素気流中の二酸化炭素、一酸化炭素、二酸化硫黄は一定流量に制御し、非分散赤外線検出器に導入する。ここで検出した出力をCPUにより瞬時にガス流量、ガス濃度、温度などを演算・積算処理した後、試料重量にて割算し、重量濃度をCRTに表示する。

EMIA-820FAは、EMIA-820に、るつぼの搬送、分析、分析後のるつぼの廃棄を自動的に行うことが可能な自動化機構、および安全機構を装着した装置である。

3. 装置構成

図2にEMIA-820FAの外観を示す。分析部と専用演算部を基本構成とし、プリンターと天秤を組み合わせている。自動化機構部は分析部前面に組込まれ、設置面積の増加を極力少なくしたコンパクトなものであり、EMIA-820に比べ装置前面の増加は、82mmに抑えている。

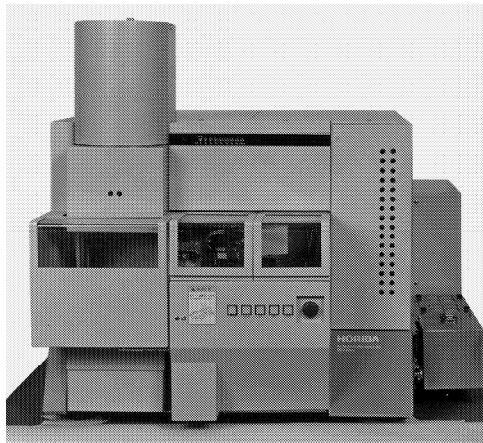


図2 EMIA-820FA
EMIA-820FA Automatic Carbon/Sulfur Analyzer

測定原理 燃焼方式	酸素気流中燃焼-赤外線吸収法 高周波18±2 MHz プレート電流任意可変(0~500mA)
測定範囲	炭素 0~6 wt% 硫黄 0~1 wt%
自動化機構	試料セット: ターンテーブル(最大20ヶ) 搬送方式: ニューマチック, モーター
処理時間	1分析 約2分(標準分析条件にて)
自動化部機能 自動待機	テーブル上のルツボ残数, プリセット残数を検出して自動的に待機状態へ移行.
試料追加	自動運転中に試料追加可能. 追加中はターンテーブル回転停止.
割込分析	自動運転を中断して割込分析へ移行
非常停止	非常停止SW, 手動分析用カバーを開けることにより非常停止機能作動.
アラーム	機能付き
寸法	W845.5 × H769 × D972.5 mm (前面の増加寸法 82mm)

表1 EMIA-820FAの主な仕様
Typical specifications of EMIA-820FA

本装置は、安全性を考慮し動作する部分全てにカバーを装着している。カバーは、操作性を踏まえ試料追加用、搬送機構用、手動用の三種で構成され、それぞれのカバーにスイッチを設けることにより開閉を確認している。

表1にEMIA-820FAの主な仕様、図3に内部システム概要、図4にルツボの搬送機構、図5に自動化の基本フローを示す。

最大20個セット可能なターンテーブル、ニューマチック駆動による搬送機構部、および安全カバーを有し、試料1個当たり約2分間で分析可能である。

自動機コントローラは、EMIA分析部の状態監視、搬送機構部の動作監視、ターンテーブルの動作監視、自己診断処理を行うものである。

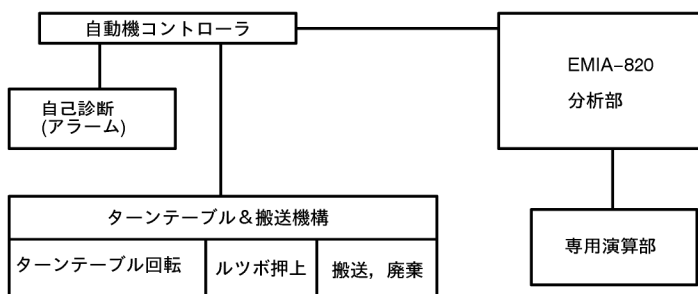


図3 EMIA-820FA 内部システム概要
System configuration of EMIA-820FA

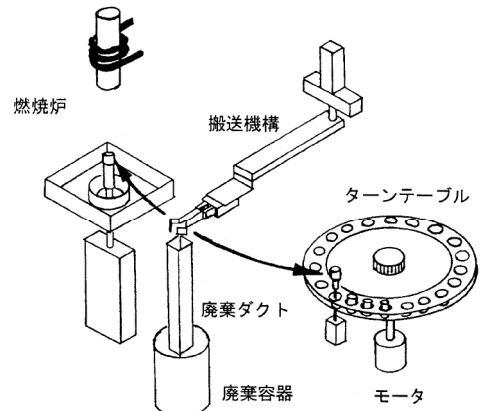


図4 EMIA-820FAの搬送機構
Sample transfer mechanism of EMIA-820FA

分析作業者は試料を秤量し、助燃剤と一緒にルツボに入れてターンテーブルにセットするだけでよく、手動分析の行程を大幅に削減することができる。ターンテーブル上のルツボは、搬送機構によりピックアップされ燃焼炉にセットされる。分析終了後のルツボは再度ピックアップされ廃棄ダクトを通して廃棄される。

4. 特長および機能

EMIA-820の特長、820FAの特長を以下に示す。

4.1 燃焼コントロール

本装置は、高周波燃焼炉のプレート電流を連続的(~500mA)にコントロールする機能を備えており、試料に応じた最適の加熱条件を設定することができる。

鞍掛ら²⁾は、高周波プレート電流を2段階に設定し、1段階目で試料表面に付着

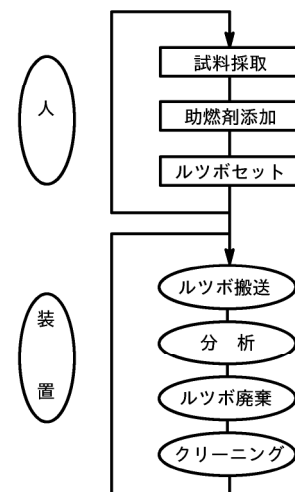


図5 自動化基本フロー
Flow of sample

した炭素を、2段階目で内部炭素を分別抽出し、分析試料の予備加熱等の前処理操作³⁾を省く試みを報告している。

プレート電流可変機能を用い、日本鉄鋼協会標準試料を用いて表面付着炭素および内部炭素を測定した結果を表2に示す。管状電気抵抗炉燃焼-赤外線吸収法³⁾による結果とよく一致していることが分かる。高周波2段加熱法にさらなる検討を加えて、極微量炭素分析における分別方法として確立していく必要がある。

試料名		電気抵抗炉 ⁴⁾ *		高周波炉(EMIA-820FA) **	
		表面付着炭素	内部炭素	表面付着炭素	内部炭素
JSS 003-3 トータル炭素 0.0011wt%	平均値	0.00017	0.00072	0.00023	0.00064
	標準偏差	0.00003	0.00002	0.00007	0.00003

* JIS G1201-1995での測定値

** 1段目は60mA,60秒, 2段目は350mA,30秒での分離結果

表2 表面付着炭素と内部炭素の分離分析

Analysis data of adsorbed and internal carbon in steel sample

4.2 操作性

本装置は、自動運転をおこなう上で使い勝手が良いように以下のような機能を付加している。

① 自動待機

ターンテーブル上のルツボの有無、プリセットされているメモリ残の有無を検知し、待機状態へ移行する。試料を秤量し、ルツボをターンテーブル上へセットすることにより引き続き自動運転をおこなうことができる。

② 試料追加

自動運転中においても、ターンテーブル上へ試料秤量済みのルツボを追加することができる。この場合も、試料追加用カバーが開いたことをスイッチにて検出し、ターンテーブルの回転を停止させ分析者の安全を確保するようにしている。

③ ルツボサーチ

従来装置においては、あらかじめ秤量した順にターンテーブル上に隙間なく並べる必要があった。EMIA-820FAでは、ターンテーブル上のルツボの有無を自動検出し、ない場合はさらにテーブルを回転させルツボをサーチする機能を備えている。このため、あらかじめ秤量した順にターンテーブル上に並べる必要はあるが、ルツボの間隔をあけて順にセットできるため、分析作業者はルツボを置きやすい位置に、認識しやすくセットすることが可能であり、操作性が良くなっている。

4.3 安全機構

EMIA-820FAは自動運転中における分析作業者の安全を優先させるため以下のような機構を設けている。これらを図6に示す。

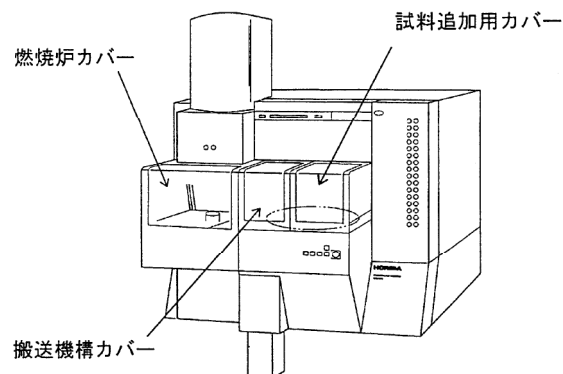


図6 安全カバー装着図
Protection covers for safe operation

① 試料追加用カバー

このカバーは自動運転中においてもターンテーブル上へ、試料秤量済ルツボを追加するためのものである。カバーが開いた場合、ターンテーブルの回転を停止させ、分析作業者の安全を確保している。

② 搬送機構カバー

このカバーは自動運転中においてはロックされ、分析作業者が開けられないようにする機構を備えている。さらに、万一開いた場合には搬送機構部の電源を切る機構を備え、二重の安全性を確保している。

③ 燃焼炉カバー

このカバーは、ロック機構を備えた差込錠にてロックされている。さらにカバーを開けて手動で分析する場合には、自動機コントローラ全体の電源を切る機構を備え、二重の安全性を確保している。

④ ルツボ廃棄容器、廃棄ダクト

ルツボ廃棄容器として、100個以上収納できるステンレス容器を採用した。また安全面から二重の容器とし、床に設置するようにしている。さらに、装置本体を設置する机はユーザーにより異なるため、分析終了後のルツボを安全に廃棄するために長さを可変できる廃棄ダクトを採用した。

5. 測定結果

本装置をもちいて鉄鋼の標準試料を測定した結果を表3に示す。

炭素、硫黄ともに高い正確度と再現性が得られている。これは、試料を秤量しターンテーブルにセットするだけで、以降は自動機が測定するため、手作業による変動や個人差を低減できると考えている。

試料名	炭 素				硫 黄			
	標準値 (wt%)	平均値 (wt%)	標準偏 差 (wt%)	変動係 数 (%)	標準値 (wt%)	平均値 (wt%)	標準偏 差 (wt%)	変動係 数 (%)
JSS201-11	0.049	0.04897	0.00013	0.27	—	—	—	—
JSS155-12	0.041	0.04109	0.00009	0.22	0.0060	0.00606	0.00008	—
JSS150-14	0.48	0.47717	0.00147	0.31	0.030	0.03013	0.00020	0.66
JSS065-4	0.80	0.80986	0.00237	0.29	0.0027	0.00262	0.00005	—
JSS113-2	4.34	4.31120	0.00866	0.20	—	—	—	—

表3 EMIA-820FAによる鉄鋼試料測定結果
Analysis data of steel samples by EMIA-820FA

6. おわりに

炭素・硫黄分析装置は、鉄鋼関連を中心に非鉄、新素材、セラミックスなど現場の品質管理から研究開発までさまざまな用途で使用されており、製品に対するご要望も多様化している。

今回ご紹介したEMIA-820FAは、幅広い分野の自動化要望に対応できるものと期待している。今後ともお客様方のご指導をいただきながら、要求に応えられる分析装置をめざし努力していきたい。

参考文献

- 1) 辻 勝也, 平野彰弘, “炭素・硫黄分析装置の自動化ニーズに向けて”, *Readout*, No.2, p.73-84(1991).
- 2) 鞍掛幸広, 市岡友之, 世羅勝治, “高周波誘導加熱炉燃焼—赤外線吸収法による鉄鋼中微量炭素の定量”, *CAMP-ISIJ*, Vol.9, 北海道(1996), p.793.
- 3) *JIS G1211鉄及び鋼中の炭素定量方法(1995)*.
- 4) 田中清之, 伴 弘一, “鉄鋼中極微量炭素の定量分析”, *Readout*, No.5, p.29-35(1992).



平野 彰弘
Akihiro HIRANO
科学計測開発部 係長
1981年入社
素材分析関連製品の開発



水田 雅夫
Masao MIZUTA
科学計測開発部 主任
1990年入社
素材分析関連製品の開発

火力発電所の総合運用管理システムと分析装置

The Integrated Operation Management System and Analytical Instrumentation in Steam-Generated Electric Power Plants

四郎丸 功*・長谷川 明正*・秋山 重之

Isao SHIROUMARU, Akimasa HASEGAWA and Shigeyuki AKIYAMA

【要旨】

電力需要の拡大・多様化に伴い、火力発電プラントは環境保全を前提に高効率で低コストの運転管理が強く求められている。電力会社では、これらのニーズに応えるため、発電の保守管理業務の高度情報化を推進している。本稿では、中国電力(株)を中心に、最近の火力発電所の総合運用管理システムの動向と、このシステムの構築に欠かせない分析機器の役割と課題をまとめた。

Abstract

The increasing demand of electricity for diverse uses and the requirements of environmental protection programs have lead the power industry to establish an integrated system for the management of operation of power plants by gathering overall information on the power generating process, the system maintenance and the training program into an intelligent network. Analytical instrumentation plays an important role in this system. This paper describes the basic concept of such a system discussed by The Chugoku Electric Power Co., Inc. and the requirements for analytical instruments to be used in power plants.

* 中国電力株式会社

1. はじめに

最近の火力発電プラントは、大容量化、複雑化が進む中、コンバインド、加圧流動床プラントのように新しい形式の発電方式が採用されている。また、高効率、高稼働率とともに保守費や要員の制約など運用費の低減が強く望まれている。一方で地球規模での環境保全にも最大限の努力をしなければならない。

このような状況の中で、コンピュータの高度な利用による火力発電所の発電、保守、管理の業務を支援する総合運用管理システムが重要な役割を果たすことになる。このような火力発電所の総合運用管理システムの動向と、このシステムの重要な要素である分析機器の役割について中国電力(株)での取り組みについて述べる。

2. これからの情報システムの方向性

これからの情報システムは、「いつでも」、「どこでも」、「自由に」、必要な情報を活用出来る「時空間超越情報システム」の構築を目指すべきと考えている。

具体的には、「総合データベース」、「オープンネットワーク」、「高知能化・高速

化」の三つの推進軸が考えられる。このことにより、働きやすい職場環境での創造的・効率的な業務活動と社会への貢献を目指すものとする。

3. 火力発電所総合運用管理システム

これからの情報システムの方向性を踏まえて、火力発電所の総合運用管理システムを以下の方針で構築する¹⁾。

3.1 企業目標

- 企業グループとしては効率化，職場の活性化，技術継承，人材育成。
- 発電業務は少人数化，高効率運転，高稼働率運転。
- 保守管理業務は少人数化，保守費の低減，稼働率の向上。
- 情報化による技術の空洞化を防ぐための人材育成。

3.2 システム構成

発電業務は自動化システム，保守管理業務はOA化システム，教育はコンパクトシミュレータおよびCAIシステムで支援する。中国電力の火力部門の情報システムの基本方針を図1に示す。この三つのシステムにより構成される情報システムを、火力発電総合運用管理システムと呼ぶこととしている。さらに各発電所の総合運用管理システムをネットワークで結んで、火力部門総合運用管理システムとしている。

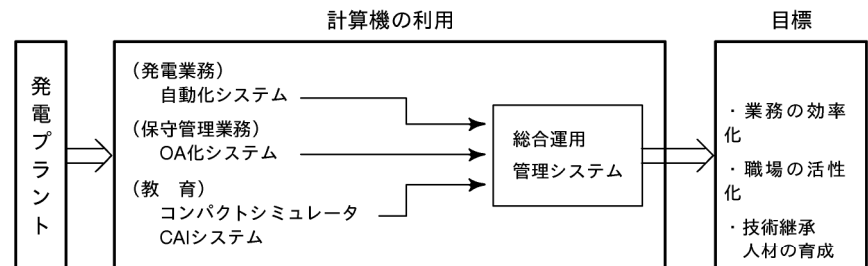


図1 中国電力(株)の火力部門の情報システムの基本方針
A basic concept of the integrated operation management system of the Chugoku Electric Power Co., Inc.

3.3 コンピュータによる業務支援の変化

従来のコンピュータによる業務支援の大部分は、定型的業務である。すなわち、四則演算等や決まった手順の機器操作である。この分野は、情報化の投資と効果が明確になりやすく、順調に拡大してきた。これからのコンピュータによる業務支援は、分析・判定から企画管理業務すなわち業務ノウハウに係わるものに変化して行かなければならない。言い換えれば、「量から質への変化」と言えよう。この分野は、情報化の投資効果が出難いから慎重に進める必要がある。また、情報システムに、各従業員が保有している貴重な企業ノウハウの「金庫」の役目を果たさせることも重要である。

4. 分析機器の役割と課題

火力発電所では、プラントの高効率で安全な運転と環境保全のために種々の分析機器が使われている(表1)。

管理項目	使用目的	分析機器
燃焼管理	燃焼状態監視用ガス分析 脱硝監視用ガス分析	酸素濃度計、一酸化炭素モニタ、カロリー計 脱硝入口高速型NOx分析装置
安全管理	ボイラ水質管理	復水中海水リークモニタ、ボイラ水質計(Na ⁺ 、シリカ、DO、 導電率、pH、N ₂ H ₄)
環境保全	煙道排ガス監視 排水質管理	煙突入口SO ₂ ・NOx・O ₂ 分析装置、NH ₃ 計、ばいじん計、COD、 UV、pH、濁度計、TP/TN計、脱硫スラリー濃度計およびpH 計、残留塩素計

表1 火力発電所で使われている分析機器
Analytical instruments used in electric power plants

現在、これらの分析機器は取り扱いに熟練技術を要するものが少なくない。原因は、測定原理・方式が多岐にわたっており、センサや検出系の技術は進歩・改善されているが、これらの性能を十分に引き出すためのサンプリング系の不安定さに起因している点にあらう。とくに、各試料の状態や設置場所など環境条件に応じた安定性、耐久性が求められている。また、各分析機器がそれぞれ独立して使われているケースが多く、今後は、プラントの自動化やOAシステムに組み込まれるものでなくてはならない。

以下に今後の課題と、現在進行中の新しい取り組みをまとめる。

(1) 制御システムに組み込み可能な分析機器

① 排ガス脱硝プラント用高速型NOx測定装置

LNGコンバインドサイクル発電におけるNOx制御に使用実績があり、今後は、石炭・重油焚き排ガスへの拡大が進められている。

② プラント起動時のボイラ水クリーンアップ用リアルタイムモニタ

起動時の試料水には鉄分等濁度成分が多く含まれる。現在、汚れに強い濁度計や5分間測定シリカ計の評価試験が進められている。

(2) 新しい発電技術への対応

① 加圧流動床ボイラ複合発電システム(PFBC)用SO₂・NOx・ばいじん計²⁾

高温でダストを多く含むため、除塵システムや測定成分を酸化させない耐高温材料の選定が重要となる。

② 石炭ガス化複合発電システム(IGCC)用分析機器³⁾

21世紀に通ずるクリーン・コール燃焼技術で、燃焼効率が高く同時に環境問題の対策にも大きく貢献する。石炭ガス・カロリー計、高ミスト・高ダストサンプリング技術を折り込んだ製品の開発が待たれている。

(3) インテリジェント形センサによる高機能化

マイコンを搭載し、電送システム技術の進歩に合わせた高機能・高信頼性のインテリジェント形センサの開発が望まれる。火力発電所の情報システムの運用管理にマッチし、全機種共通の仕様・機能の統一が前提となる。

(4) コストパフォーマンスに優れた分析機器

電力供給コストの低減化意識が浸透しており、他の主要設備・機器類と同様、投資効果の高い分析機器が望まれている。

(5) 保守性の向上・保守費の低減

機種選定に設置後の保守性は重要条件である。故障や異常時の原因究明や状況判断等のメンテナンス情報の提供、さらには、暫定処置を含めた現状復帰が速やかに行え、ユーザー側で一次修理が完結できるもの。

5. おわりに

以上、中国電力(株)の取り組みを例に、最近の火力発電所の総合運用管理システムの動向とシステムの重要な要素である分析機器の役割と今後の課題を述べた。今後の火力発電は、電力供給の安定化・低コスト化と環境保全とを同時に解決することが最大の課題となっている。このためには、発電所全体の情報化の推進と同時に、それらを直接的・間接的に支援する分析機器の果たす役割はますます重要となっている。今後とも、電力技術者と分析技術者との密接な交流が望まれる。

参考文献

- 1) 四郎丸 功, “柳井発電所総合運用管理システムの計画” 火力原子力発電, Vol.41, No.9, p.38-51 (1990).
- 2) 西村定雄, 中国電力技研時報, “PFBC(加圧流動層燃焼)試験研究について” Vol.85, No.10, p.1-5 (1995).
- 3) 佐藤昌男 他, “地球環境時代の石炭火力VI. 将来型石炭火力技術” 火力原子力発電, Vol.44, No.10, p.117-150 (1993).



四郎丸 功
Isao SHIROUMA-
RU

中国電力株式会社
火力部 調査・企画担当
課長



長谷川 明正
Akimasa HASEGA-
WA

中国電力株式会社
火力部 発電・保修担当
係長



秋山 重之
Shigeyuki AKIYA-
MA

品質管理部 シニアマネージャー
1967年入社
QC担当

火力発電所における煙道排ガス中窒素酸化物の 高速応答型分析装置 ENDA-2000H

The ENDA-2000H Stack Emissions NOx Analyzer with High Response Speed Applicable in Coal Burning Power Plants

藤原 雅彦・清水 直仁

Masahiko FUJIWARA and Naohito SHIMIZU

【要旨】

火力発電所においては、煙道排ガス中の窒素酸化物をリアルタイムに測定し、適正な燃焼管理、脱硝設備の運転を行う事が重要である。応答速度を上げるためにはサンプルガスの吸引量を増加させる必要があるが、重油・石炭焚きボイラからの排ガス中には、ばいじん量が多いため、窒素酸化物分析装置の高速化が困難であった。この度、パージ型ミニサイクロン方式のサンプリング系や分析部の開発・改良により、応答速度25秒の高速応答型NOx計を実現した。

Abstract

Real-time measurement is essential to the effective control of NOx emissions from plants that burn fossil fuels. Increasing the flow of samples reduces retention time but may clog the sample line, especially in coal-burning plants where levels of soot and ash are high. After reviewing the entire process in NOx measurement systems, we developed a NOx analyzer system for stack emission measurement that responds to changes in NOx concentration within 20 seconds, making it six times faster than a conventional system. This paper describes improvements of the analyzer's electronic response, the cyclone dust filter, and the sample probe of the analyzer. Also, the conditions of dust in the sample are reported based on the analysis of particle size distribution.

1. はじめに

火力発電所における燃焼管理は、環境保全の観点からは窒素酸化物の発生の低減および脱硝反応後のリークアンモニア量の低減が、また省エネルギーの観点からは最適な脱硝のためのアンモニア注入量のコントロールが必要となる。このためには、脱硝装置への入口あるいは出口における排ガス中の窒素酸化物(NOx)濃度をリアルタイムに測定する分析装置が必要である。当社では、天然ガス(LNG)を燃料とするガスタービン発電用として高速NOx計を開発供給してきた。一方、石炭あるいは重油を燃料とする発電所においては、煙道排ガス中のばいじん量が多いため、分析装置のサンプリング系が閉塞し、測定不能となる恐れがあった。そこで、今回、石炭あるいは重油燃料の燃焼制御に使用可能な高速応答型NOx計ENDA-2000Hを中国電力殿と協力して開発した。

本稿では、本開発のポイントであるばいじんを除去するための前処理装置と高速応答の分析計を、データも含め紹介する。

2. 高速応答システム

従来、石炭焼き排ガス測定では、煙道排ガス中のばいじん量が多いため、フィルタ部の閉塞を防ぐ目的で、ブローバック方式(一次フィルタ清掃のため定期的に加圧エアによる逆吹きを行う)を採用していた¹⁾。このため、採取管プローブやサンプリング部品の容積が大きくなってしまい、分析装置の応答速度を遅くする原因となっていた。そこで、高速応答化をはかるために、次のような検討・改善を行った。

2.1 分析部の高速応答化

分析部は、煙道排ガス分析装置として実績のあるクロスモジュレーション方式²⁾(サンプルガスと比較ガスを一定周期で交互にサンプルセルに導入する方式で、ゼロ点の安定性に優れる)を採用し、さらに高速応答化を図るため以下の改善を行った。

(1) 切替周期の変更及び濃度演算の変更

サンプルガスと比較ガスをセルに導入する切替周期を0.5秒に短縮し、また濃度出力の演算処理時間を短縮した。

(2) ノイズの低減

光学系の改良によりベンチ出力のノイズの低減をはかり、検出感度を1桁向上させた。

以上の改善により分析部の応答速度として $T_d=6.0$ 秒、 $T_d+T_{90}=8.5$ 秒を達成した。

2.2 ばいじん除去用前処理装置の開発

石炭焼きボイラにおける排ガス中のばいじん濃度は、一般的には $5\sim 30\text{g}/\text{Nm}^3$ ある³⁾。LNGや重油と比較してばいじん量が多いため、従来はブローバック方式によるパージを実施しなければ、一次フィルタで閉塞がおこり測定不能になっていた。

高速応答化を実現するにあたっては、配管やサンプリング部品の容積による応答遅れ(デッドボリューム)を低減する必要がある。このためにはサンプルガスの吸引量を増加させ、見かけ上の通過時間を短縮する必要がある。しかし吸引量を増加させる事は吸引されるばいじん量も増加するため、従来のシステム以上にばいじんの除去効率を向上させる必要がある。ところが、ブローバック方式によるバッチ処理方式のばいじん除去方法では、ばいじん量が多くなるとパージの頻度を増やす必要があり、この間、測定を中断するという欠点がある。

そこで、ばいじんを連続的に除去するシステムとしてパージ型ミニサイクロン(図1³⁾)を開発した。このサイクロンは、サンプルガス中のばいじん量を1/20以下に除去し自動的に排出するとともに、内部の閉塞を防止するために、強制的にサイクロン内をパージする機構を持っている。

当社の光散乱式粒度分布測定装置で、ばいじんの除去効果を測定した結果を、図2に示す。サイクロンに導入されたガスは、エアエゼクタによる重力方向の力とサンプルガス出口の後段に設けられたサンプリングポンプの吸引力により、ガスとばいじんに分離され、除去される。分離原理を図3に示す。

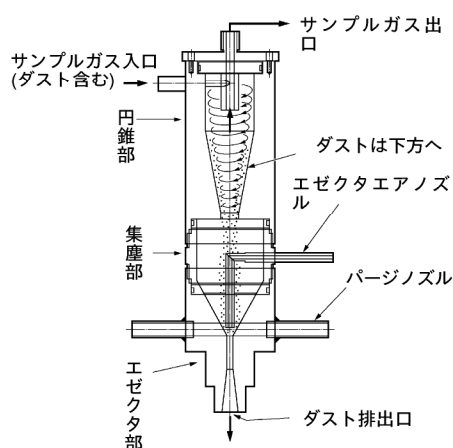


図1 サイクロン式ダストフィルタの構造
Cyclone dust filter

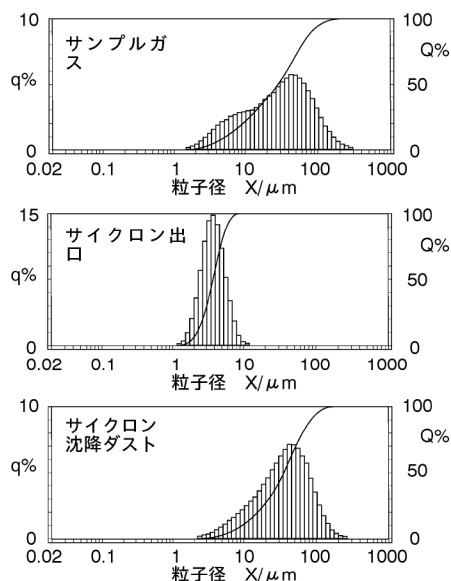


図2 排ガス中ダストの除去効果
Particle size distribution of dusts

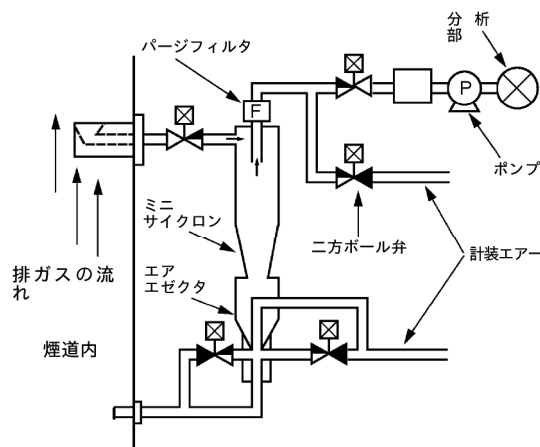


図3 ダストの除去原理
Schematic diagram of dust removing system

2.3 サンプルング・プローブの構造検討

サンプルング・プローブの先端構造についても改良を行った。これは煙道内における採取部の吸引口径をロート形に広げ、ガス吸引流速を低減する事により、サンプルングガス中のばいじん量を99.1%除去できるようになった。またロート型プローブでは、パージフィルタのブローバック間隔を12時間にして閉塞する事なく連続測定が可能となった。

ロート型プローブとミニサイクロンを組み合わせる事により、煙道中のばいじん濃度が30g/Nm³の条件において、ばいじん濃度を煙道内の1/400以下に減少させサンプルングする事が可能となった。

以上の改善の結果は表1に示すように、応答速度20秒を達成した。

ユニット	応答速度 (秒)
分析計	7
配管	2
パージフィルタ	8
サイクロン	3
計	20

表1 応答速度に影響する要因
Contribution to response time
(T_∞ in second) by components

3. 応答速度の評価結果

本分析装置は、中国電力水島発電所の石炭焼きボイラおよび重油焼きボイラにおいて実装評価を行った。また、石炭焼きボイラはばいじん量の異なる下関発電所においても半年間に渡り評価、改良を行った。

3.1 校正ガス試験

図4は、採取管プローブの出口(サイクロン入口)から既知濃度の校正ガスを導入したときの応答速度試験結果である。90%応答(デッドタイムを含む)は、約14秒と大幅に改善されている。

3.2 実ガス試験

発電量変動する実ガス中のNO_x濃度を高速NO_x計および従来のNO_x計(ENDA-900)で測定した場合のステップ応答を図5に示す。高速NO_x計の指示変化開始(t₁)を原点とし、それぞれの分析計の指示が低下する時点t₂、t₃までの時間を比較すると、高速NO_x計の応答速度は20秒と大幅に改善されていることがわかる。

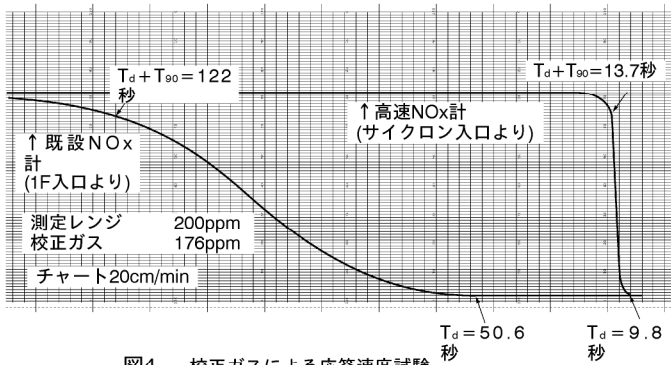


図4 校正ガスによる応答速度試験
Responses to step change of sample

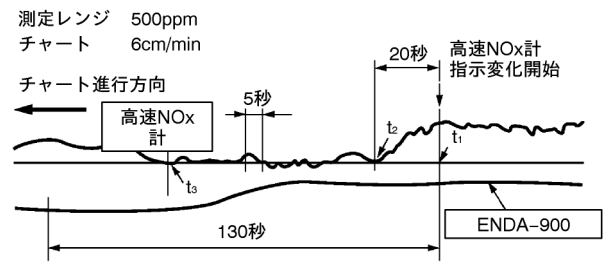


図5 実装状態における応答速度
Response in field application

4. 装置仕様

ENDA-2000Hの仕様を表2に示す。

測定対象	脱硝装置入口あるいは出口におけるNOx測定	
構成ユニット	専用プローブ、前処理装置（サイクロン）、分析装置	
測定レンジ	NOx	0~200/500ppm
	O ₂	0~10/25 vo1%
再現性	フルスケールの±0.5%	
ドリフト	ゼロ	フルスケールの±1.0%/週
	スパン	フルスケールの±2.0%/週 (但し周囲温度変化±5℃)
応答速度	装置入口	T _d +T ₉₀ -10秒以下
	校正ガス入口	T _d +T ₉₀ =5秒以下
	サンプル採取点より	T _d +T ₉₀ =25秒以下 (採取部からの配管φ8/6, 20mを含む)
サンプルガス流量	20/min	

*煙道内のばいじん量を最大50g/Nm³とした場合のユニット構成であり、重油等のばいじんの少ない条件においては、前処理装置は不要となる。

表2 ENDA-2000Hの仕様
Specifications of ENDA-2000H

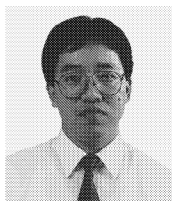
5. おわりに

石炭焼き及び重油焼き排ガス用高速NOx測定装置についての応答速度15秒以下を実現した。この結果、LNG、石炭、重油など各種の燃料を使った火力発電所において高速応答型の分析計の適用が可能となった。脱硝設備の出入口に高速NOx計を設置することにより、脱硝プラントを適正に運転して、排ガス中の窒素酸化物濃度の削減による環境保全はもちろん、電力の安定供給のためにも貢献できるものと確信している。

さらに、今回開発したばいじん除去技術を従来のブローバックシステムにも適用することによりシステムを簡素化する事が可能となり、省エネルギー、省資源に貢献する、地球に優しい分析計の提供を続けていきたい。

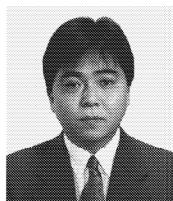
参考文献

- 1) 公害防止の技術と法規編集委員会, “公害防止の技術と法規, 二訂”, 社団法人 産業公害防止協会(1988), p.203-307.
- 2) 新環境管理設備辞典編集委員会, “大気汚染防止機器活用辞典”, 産調出版株式会社(1995), p.138-159.
- 3) 浅田英介, 庄野道行 他, “制御技術の歩み”, 火力原子力発電, Vol.41, No.12, p.1659-1682(1990).
- 4) 永井智幸, 相楽和男, 高塚 汎, 出本昌則, “脱硝装置におけるアンモニア注入予測制御”, 三菱重工技報, Vol.25, No.1, p.32-36(1988).
- 5) 五嶋安生, 菊地清治, 渡邊通夫, “脱硝制御へのファジィ制御の適用”, 東芝レビュー, Vol.50, No.2, p.111-114(1995).



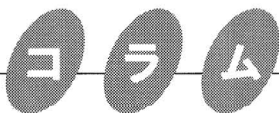
藤原 雅彦
Masahiko FUJIWARA

環境・工業計測開発部 係長
1984年入社
環境・工業計測関連のガス分析計
の研究開発



清水 直仁
Naohito SHIMIZU

環境・工業計測開発部 主任
1985年入社
環境・工業計測関連のガス分析計
の研究開発



息子の手術

生まれたばかりの息子が肥厚性幽門狭撃症で緊急入院しました。肥厚性幽門狭撃症という病気は、我々日本人にとっては聞き慣れないものです。手近な医学書によると「胃の幽門の筋肉が厚いために圧迫し、ミルクが十分に通らず胃に溜まり、時間が経つとミルクを噴水のように口から吐いてしまう。そして体重が急激に減少する新生児の病気である」と書かれております。日本人などアジア系の赤ん坊には千人に一人か二人程のまれな病気です。ヨーロッパ人の遺伝病だとも聞いたことがあります。なぜ、日本人の両親から生まれた我が子にこの病気が起こったのだろうか………？

「超音波診断の結果、幽門の筋肉厚が通常両側最大2ミリの所、5ミリあります。直ぐに筋肉分離手術をします。簡単なものですから心配いりません。今、体力を消耗しないうちに手術をした方が本当に早く回復しますよ。」と矢継ぎ早に言われ、呆気にとられたのは入院して翌朝のことです。

病院の注意書きには、『全身麻酔によるごく普通の幽門分離手術：胃の出口右上腹部に小さく横へ切り、胃と十二指腸の間の粘膜を開かずに結節筋肉に手術を行う。もちろん、状況によっては拡張手術を、さらに一旦手術を中止し、再手術もあり得る。』と記されていました。

ドイツの医者は日本人の体質を知らないのでは？ この分離手術がベストなのだろうか？ 手術が成功するのだろうか？ などなど様々な不安がよぎりました。

「この病院では月に三人の赤ん坊が幽門手術を受けています。四日前の患者が隣の病室に居ますから見て下さい。執刀ドクターは、500グラムの赤ん坊の手術を成功させた人です」いとも簡単な手術で直ちに治ると言います。さらに、「100%とは言えませんが、99.99%は大丈夫です。全身麻酔をしないと手術ができません。サインをお願いします。手術は午後1時に行います。」と畳みかけられました。

結局、ドイツの医療技術とドクターを信じるほか、選択肢はなく、私は手術承諾書と麻酔承諾書にサインをしました。幸い手術は成功し、現在七ヶ月になる息子は元気に育っています。

「たかが手術、されど手術」多くの経験と豊富な事例があったればこそ、新米の父親が、不慣れな外国で重大な決断ができました。やはり、科学的な事実裏付けられた信頼感こそが、異文化理解の基本であることを再認識したできごとでした。

(ドイツ、フランクフルト・ヘキスト子供病院にて
HORIBA Europe 木嶋武史)

Situation of Environmental Measuring Systems in Germany

Klaus ADAMUS* and Keiichi HANDA*

<Abstract>

As we approach the 21st century, we find our earth facing various environmental problems. This paper describes the environmental measuring system in Germany as one of the most intensive measuring air quality in Europe, and introduce the HORIBA's advanced air quality monitoring systems.

1. Introduction

Pollution of the ambient air in many cases do not cause a harmful consequence immediately to human beings, the nature or to materials, but over a longer time.

In those cases the effort for a pure air requires idealism and an ethical consciousness, based on the idea to preserve the nature with all its beauty for himself and the future generations.

At this, the environment protection should be not only demanded by others, but in particular imprinted by an exemplary personal way of acting, too.

The expression "Life Quality" will undergo a change in its meaning. Instead of the improvement in life style and the aims towards material technical merits, other factors like health, wellness and the preservation of nature and environment will step to the foreground as important fundamental values of our life.

This paper describes the environmental measuring system in Germany as one of the most intensive measuring air quality in Europe.

* Horiba Europe GmbH

ドイツにおける大気環境測定システムの状況

1. はじめに

大気汚染は、人間や自然や物に対し必ずしも急激な変化はもたらさないが、長い年月にわたると悪影響を与える。そこで、きれいな大気を後世に伝えたいという動きがでてきた。環境保護は、他からの要求だけではなく、自発的に行動されるべきものだ。クオリティ・オブ・ライフの意味するものは、生活習慣の変革や物質主体ではない、健康や自然保護に基本的な価値を見出そうとすることである。本稿では、ヨーロッパの中でもとくに厳格なドイツの大気環境測定システムを紹介する。

2. 大気汚染状態の測定

ドイツには、大気環境保全に関する法令としては連邦大気汚染防止条例 (BlmSchG : Federal Immission Control Act) があり、中でも次の二つが主体である。

2. Monitoring of Air Quality

The authoritative law for air quality control in the Federal Republic of Germany (FRG) is the Federal Immission* Control Act (BlmSchG). The regulations of this law cover virtually all areas of ambient air quality control are complied in Appendix 1.

The following regulations will be considered for ambient air quality control :

- the Technical Instructions on Air Quality Control (TA-Luft), the 4th General Administrative Instruction on monitoring of Ambient Air Quality in Examination Areas.
- the Smog-Regulations of the Federal States.

Furthermore there are measurements with specific intentions like wide area investigations, border-exceeding transportation of air pollutants or the conjunction of forest damages and air pollution.

3. Significance of the place of measuring station

In case of air pollution measurement it has to be differentiated between mobile measurements with measuring vans and stationary measurement with measuring container.

In case of mobile measurements the measuring is done punctually at always changing places in order to determine the geographic distribution of the air pollutant. In case of stationary measurements the temporarily distribution is measured continuously.

The stationary measurements have to be proceeded at a representative place of the area which is to be checked. For this the geographic distribution of the air pollution which is determined regularly-generally according to the regulation "TA-Luft" with mobile measurement has to be known.

Mobile measurements are also used:

- At measuring locations that are not covered by stationary measuring station
- For the reference measurement to existing measuring systems
- For the measurement of the spread of harmful substances
- For the determination of the cause of air pollutions
- For special measuring programs

① 大気環境測定に関する技術指針(TA-Luft)および第四次環境測定指針

② 連邦政府のスモッグ規制

さらに、大気汚染物質の広域移動や森林破壊などを対象とした指針がある。

3. 測定局設置場所の選定

大気汚染の測定は、固定局(コンテナ)および移動局(自動車)で行われる。

移動局では場所を変えて測定し、固定局ではTA-Luftに基づき決められた場所を順次測定することにより、大気汚染の広がりを調査する。

さらに移動局は次の目的にも使われる。

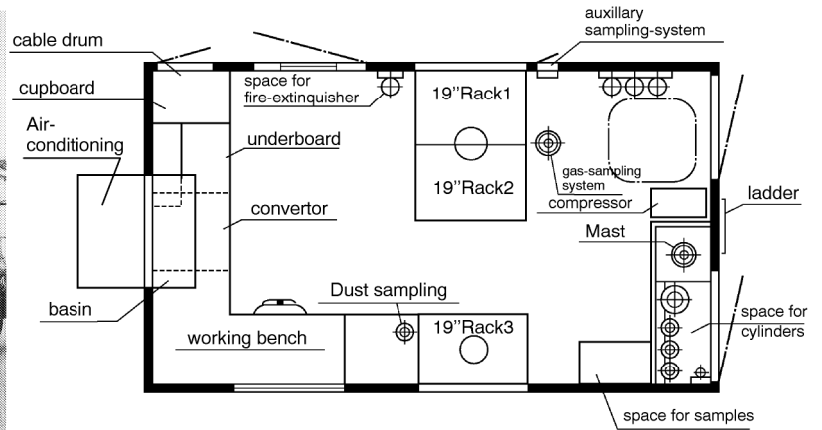
- 固定局でカバーできない地域の測定
- 既存の測定システムの参照用
- 有害物質の拡散状態の測定用
- 大気汚染源の特定用
- 特別な測定プログラム用

* Immission

A German term for which there is no simple English equivalent, means "Air pollutants, noise, vibrations, light, heat, radiation's and analogous environmental factors affecting human beings, animals, plants or other objects"



Atmosphere monitoring vehicle (shipped to Russia)



Internal view of the atmosphere monitoring vehicle

4. Regulations regarding the selection of the place and the construction of automated measuring stations in telemetric air quality measuring network

To have the same criteria with regard to the choice of the place and the construction of the measuring networks of the states following regulations have been made:

(1) Rules for the choice of place for air quality measuring stations: Table 1

1. Cartographic place	The measurement station shall be arranged in network of constant grid width(1km), North-south/east-west direction
2. Distance to larger obstacles	no less than double the height of the obstacle or the width of the obstacle
3. Measuring height from ground	below a level of half of the mean building height
4. Distance to local source	In order to minimize the effects of local sources , the distance from industrial and domestic sources and from highly frequented roads shall be at least 20m. At individual source, it must be checked to see if the minimum distance is sufficient.
5. Free stream	Obstacles to free flow are not allowed to be within 10m. Sampling at lateral surfaces of buildings must be avoided in principle.
6. Local circulation	Interference dependent on topography must be ruled out.

4. 大気汚染観測網の測定点選定と自動測定局の構成

(1) 大気汚染観測網の設置場所の選定基準 (Table1)

1. 測定局の配置, 2. 障害物との距離, 3. 測定地点の高さ, 4. 汚染発生源からの距離, 5. 測定空間の限定, 6. 地形の影響

(2) 測定局の構造 (Table2)

1. 通則, 2. 安定性, 3. 断熱性, 4. 空調条件, 5. 落雷対策, 6. 機器構造, 7. 電源, 8. 安全対策, 9. ガス配管, 10. 排ガス処理

(3) サンプリングシステムの構成 (Table3)

1. サンプリング・ヘッド, 2. マニホールド, 3. ガス流量, 4. 遅延時間, 5. 分析計の接続順番, 6. 洗浄間隔

(4) 分析部とデータ通信システム間のインターフェース (Table4)

1. 電源の取合い, 2. インターフェース, 3. アナログ出力, 4. 出力インピーダンス, 5. 状態信号

(2) Requirements regarding the construction of the measuring stations:Table2

1. General	The measuring station must meet the rules and regulations on construction and safety engineering. Moreover the regulations on noise control must be observed.
2. Stability specifications	Roof load > 750N/m ² , Ground load > 3000N/m ²
3. Temperature isolation	< 2W/m ² K
4. Air conditioning	+15°C to +30°C, < ±5K
5. Lightning protection	
6. Construction design	Non-flammable material, Instrument 19-Module
7. Electronic feature	4 different and separate circuit must be provided
8. Security control	Measuring station functions are able to transmit
9. Gas piping	self-sealing standard screw joints to be used
10. Exhaust gas treatment	discharged safely from the measuring station

(3) Requirements regarding the construction of sampling systems for gaseous components:Table3

1. Sampling head	Fixed designed, D=14cm, da=4cm, stainless steel
2. Sampling tube	made by borosilicate-glass, diameter 20 to 40mm
3. Volume flow capacity	minimum 10 times higher than sample gas consumption of all analyzers, flow monitoring at outlet point
4. Duration	Max.10sec.
5. Connection of measuring instrument	according to the reaction of substances, O ₃ > NO _x > SO ₂ > H ₂ S > C _n H _m > CO
6. Cleaning	6 months cycle

(4) Requirements regarding the interfaces between analyzers and data communication systems:Table4

1. Electric connection	AC 230V Euro-plug
2. Interface	50-pin Sub-D or RS-232C
3. Analog signal	0(4)-20mA
4. Load	< 600 Ohm
5. Status signals	displayed

For the usage of measuring analyzers in the above mentioned measuring stations there are also technical minimum requirements but we will not go into detail.

分析計の取扱いに関しても他に規定されているが、詳細は割愛する。

5. 校正

分析計の校正は、測定信頼性を左右する重要因子である。

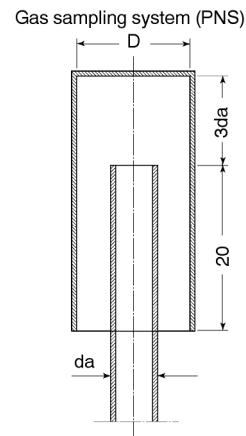
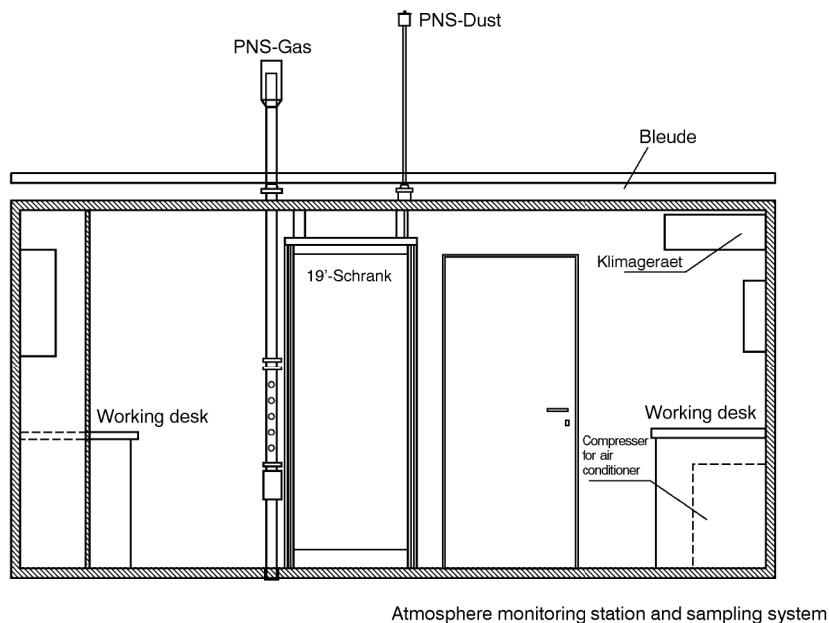
最近、校正技術は急速に向上しているが、これには、各測定局の作業員からの要望、ドイツ環境庁(UBA)による環境研究ならびに行動計画、VDI委員会のガイドラインなどが大きく寄与している。

5.1 標準ガス

分析計の校正用標準ガスは、次の手法で調製される。

- 質量測定を用いたパーミエーション・チューブ法
- 質量比混合法に基づく方法
- 体積混合法に基づく方法

二次標準ガスは、ガス希釈法、とくにキャピラリー、クリティカル・オリフィス、オリフィス、マスフローコントローラー、パーミエーション・チューブ法などにより作られている。ガスボンベの内面加工の進歩により標準ガスの安定性が



5. Calibration

Another important element for the reliability of measuring results is the calibration of measuring instruments.

Recently the calibration technique developed quickly. Important contributions were given by the requests of the measuring network-operators. Also the results of the Environmental Researching schedule, the activities of the German Federal Environmental Agency (UBA) reference laboratory and the guidelines of the VDI commission contributed a lot.

Because of the usage of new techniques and materials, the blending of gases and the conservation could be improved very much.

5.1 Standard gas

Important methods to produce primary span gases are currently:

- *Permeation with gravimetric determination*
- *Methods based on blended gravimetric measurement*
- *Methods based on blended volumetric measurement*

改善されている。

5.2 リファレンス法

ドイツでは、大気質測定信頼性に関し、リファレンス法(基準測定法)が認証されている。各州の専門家達の意見を基に、①リファレンス法の決定、②等価法の選択、③校正方法の原理などのガイドラインが策定されている。

リファレンス法は標準ガスによる確認のために使い、現場ではこれと等価な方法が使われる。認証取得結果は、GMBLによって公表される。

5.3 校正用ガス

測定局でよく使われている校正用ガスをTable5に示す。

6. ホリバ・ヨーロッパのアクティビティ

ホリバは、このような広範囲な要求に対応すべく、15年以上の経験に基づき、要求仕様を満足し、実用的かつ完璧なシステムの提供を約束する。現在、高感度で信頼性の高い分析計が数百もの大気汚染観測システムに使われており、大気質研究に大いに貢献している。

(抄訳 編集部)

Secondary span gases are made out of premixing with dilution systems or mixing systems. For this among others capillaries, critical orifice, orifice, mass flow controllers and permeation systems without gravimetric determination are used.

Special surface coverage of the inner walls respectively the frequent usage of aluminum has improved the stability of testing gases in pressure cylinders a lot. After the admission of aluminum cylinders also in Germany, German manufacturers could compensate the technological advantage of foreign manufacturers.

In spite of these progresses the stability of testing gases in pressure gas cylinders is not sufficient for all components and calibration purposes. When operating the pressure gas cylinders for round robin tests and as transfer standards, the concentration has to be checked. This is done through comparison with primary standards or with reference procedures in specially designed calibration laboratories.

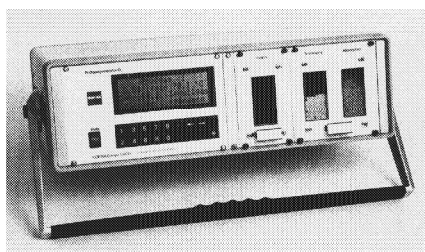
5.2 Reference methods

Regarding the monitoring of air quality and for the reliability of measuring results, reference methods are a further important basis to guarantee a homogeneous measuring method in Germany.

Based on extended research and discussions of experts of the countries, corresponding guidelines have been developed:

- *the determination of reference methods*
- *the choice of equivalence methods*
- *the principles of calibration methods*

Reference methods are basically used to verify the calibration by using the standard gas. For field measurements equivalence methods are used. With the equivalence methods the practical air quality measuring is proceeded according to reference methods. The results have to be published in GMBL to get the approval.



O₃ standard gas generator



Klaus ADAMUS
HORIBA Europe GmbH
Industrial Sales Manager



Keiichi HANDA
HORIBA Europe GmbH
Service Manager

5.3 Calibration gases

Often used methods at measuring stations are following Table 5

Component	Zero gas	Testing/Calibration gas
SO ₂	Synt. Air Scrubber	calibration gas bottle, mainly permeation
NO ₂	Synt. Air Scrubber	Gas phase titration (GPT) NO-gas bottle NO ₂ -permeation with NO ₂ /NO converter
O ₃	Scrubber	UV-lamp
CO	Synt. Air Scrubbe	CO-calibration gas bottle
C _n H _m	Synt. Air	CH ₄ -Calibration gas bottle CH ₄ /C ₃ H ₈ calibration gas bottle

6. HORIBA Europe activity

The logical consequence of above comprehensive requirements was the provision of complete system solutions for this specific measuring task.

Based on our experience of more than 15 years in this special field, we can refer to an innovative development of efficient, practical and perfectly aligned systems.

Together with our sensitive and reliable monitors, that are in use in several hundreds of air pollution monitoring systems, our standard of quality and the precise measurement could set new standards in the environmental technology, that assist the experts in their investigation of today's ambient air quality.

大気汚染監視用HAPs濃度測定装置 APPA-365

The HORIBA APPA-365 Hazardous Air Pollutant Analyzer System

大西 敏和・寺田 邦雄
Toshikazu OHNISHI and Kunio TERADA

【要旨】

近年、大気中に存在する汚染物質の中で、微量だが有毒性、蓄積性があるものは有害大気汚染物質(HAPs)として注目されており、ベンゼンを始めとする幾つかの有機物質は早急な対策が求められている。本稿では、HAPs関連の日本国内の動きと、堀場製作所が開発した大気中のベンゼン・トリクロロエチレン・テトラクロロエチレン3成分の濃度連続測定装置 APPA-365の測定原理、特長、および実装評価結果を紹介する。

Abstract

The Environment Agency of Japan lists 284 hazardous air pollutants (HAPs) that have not yet been regulated legally, among which 30 demand preferential consideration. 12 of which are slated for urgent regulation. The HORIBA APPA-365 was developed for the continuous monitoring of the ambient air for benzene, trichloroethylene and tetrachloroethylene, which are contained in industrial emissions and can be carcinogenic. The analyzer employs gas chromatography combined with photoionization detection and has a range of 0 to 20/50/100/200 ppb fullscale with detectability of 0.3 ppb (0.1 ppb for benzene). This paper describes the principle of operation and the results of field application of the HORIBA APPA-365, and suggests the expansion of applicability to another 9 components in the future.

1. はじめに

人々の環境問題への関心が高まるとともに、大気中に存在する各種の微量成分の人体に与える悪影響が注目されている。有害大気汚染物質 (HAPs : Hazardous Air Pollutants) とは、未規制大気汚染物質とか米国のAir Toxicsとほぼ同義語で、①大気中に存在し、継続的に摂取される場合に人の健康に悪影響をきたす化学物質で、②人間の諸活動に由来し、③現在、規制対象となっていない汚染物質と定義されている¹⁾。日本では、大気汚染状況に的確に対応するため、大気汚染防止法の一部改訂が平成8年5月9日に決定・告示された²⁾。現在、環境庁では、234物質をHAPsとしてリストアップし、中でも優先的に対応すべきものとして22物質を、早急な規制が必要なものとして12物質を提示している(表1)。

物質名	優先的に 対応すべき 19物質	早急に 基準等必要な 12物質
1,3-ブタジエン	◎	○
ベンゼン	◎	◎
トルエン		
クロロメタン		
クロロホルム	◎	○
ジクロロメタン	◎	◎
クロロエチレン		
テトラクロロエチレン	◎	◎
トリクロロエチレン	◎	◎
四塩化炭素		
塩化ビニル	◎	◎
1,2-ジクロロエタン	◎	○
1,4-ジクロロベンゼン		
アクリロニトリル	◎	◎
アセトアルデヒド	◎	
アクロレイン		
ホルムアルデヒド	◎	
N-ニトロジメチルアミ ベンゾ(a)ピレン	◎	
フタル酸エステル類		
フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)		
PCB		
ダイオキシン類	◎	
ベリリウム	◎	
水銀及びその化合物	◎	◎
カドミウム及びその化合物		
鉛及びその化合物		
マンガン及びその化合物	◎	
ニッケル化合物	◎	◎
砒素及びその化合物	◎	◎
六価クロム又は全クロム	◎	

表1 典型的な有害大気汚染物質
Typical hazardous air pollutants (HAPs)

測定方法	測定方法の概要	調査対象物質のうち適用可能なもの
I	ステンレス容器捕集 -低温濃縮- GC/MS分析 (キャピラリカラム)	アクリロニトリル ^{*1} 塩化ビニルモノマー ^{*1} クロロホルム 1,2-ジクロロエタン ジクロロメタン テトラクロロエチレン トリクロロエチレン 1,3-ブタジエン ^{*1} ベンゼン
II	固体吸着(カーボンモレキュラシープ) 捕集-溶媒(CS ₂)抽出-GC/MS分析	クロロホルム 1,2-ジクロロエタン ^{*1} ジクロロメタン テトラクロロエチレン トリクロロエチレン ベンゼン
III	固体吸着(カーボンモレキュラシープ) 及びグラファイト化カーボンブラック 2層充填)捕集-加熱脱着-GC/MS分析	塩化ビニルモノマー ^{*2} クロロホルム 1,2-ジクロロエタン ジクロロメタン ^{*2,3} テトラクロロエチレン ^{*3} トリクロロエチレン ^{*3} ベンゼン ^{*3,4}
IV	化学反応(DNPH)-溶媒抽出-HPLC分 析, GC(FTD)分析 又はGC/MS分析	アセトアルデヒド ^{*4} ホルムアルデヒド ^{*4}
V	フィルタ-捕集-原子吸光分析, 電気加 熱原子吸光又はICP-MS	ニッケル及びその化合物 ^{*5}
VI	原子吸光(水素化物発生), ICP発光(水 素化物発生) 又はICP-MS	ひ素及びその化合物 ^{*5}

*1 捕集量によって、定量下限に満たないことがあるので注意する。
*2 捕集量によっては、破過又は分解を起こすことがあるので注意する。
*3 捕集量によって、分析装置の定量上限を超えることがあるので注意する。
*4 ブランク値が高いことがあるので注意する。
*5 ニッケル、ひ素及びその化合物は粒子状のものに限る。

表2 優先的取組物質の標準的な測定方法
Analysis methods for HAPs of preferential consideration

一方、HAPs対策のために、事業者には排出の抑制を、行政にはモニタリングと情報提供の推進を求めている。平成8年10月18日の中央環境審議会大気部専門部会報告では優先的取組物質の標準的な測定方法(表2)が示された³⁾。

当社では、これらのニーズに応えるためにHAPsの連続自動測定装置の研究開発を推進している。今回、工場・事業所、自動車からの排ガスから発生し、発ガン性の高いといわれているベンゼン、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレンの3成分(以後BTTと略称する)を連続的に測定できる有害大気汚染物質測定装置APPA-365(図1)を開発し、大阪で実装試験を行い、高い評価結果を得ている。

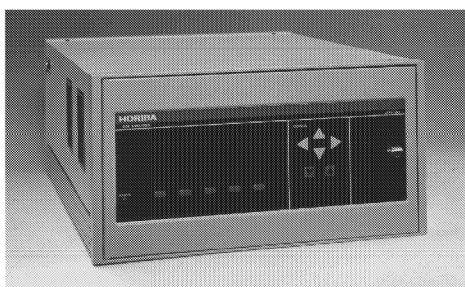


図1 大気汚染監視用HAPs濃度測定装置APPA-365
The HORIBA APPA-365 Hazardous Air
Pollutant Analyzer System

2. APPA-365の測定原理と特長

APPA-365では、ガスクロマトグラフ分離-光イオン化検出法(GC-PID法)を使っている。PID法は、有機化合物、とくに芳香族に対して高感度で、GC分離と組み合わせることにより、BTTの同時・連続分析が可能となった。

2.1 測定フロー

BTTは図2に示すフローに従って測定される。

- ① まず、一定量の試料大気をサンプルシリンダで吸引し、濃縮管に捕集する。
- ② 次に、濃縮管を加熱し、十方弁を介して、分離用カラム1に供給する。
- ③ 分離用カラム1では、測定対象以外の成分をバックフラッシュして取り除き、BTTを選択的に分析用カラム2に導入する。

- ④ 分析用カラム2では、BTTをベンゼン、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレンに分離し、順次、光イオン検出器(PID)に供給される。
- ⑤ PIDでは、各成分が紫外線ランプで励起イオン化され、このイオン電流を測定し、BTT各成分毎の濃度を算出する。

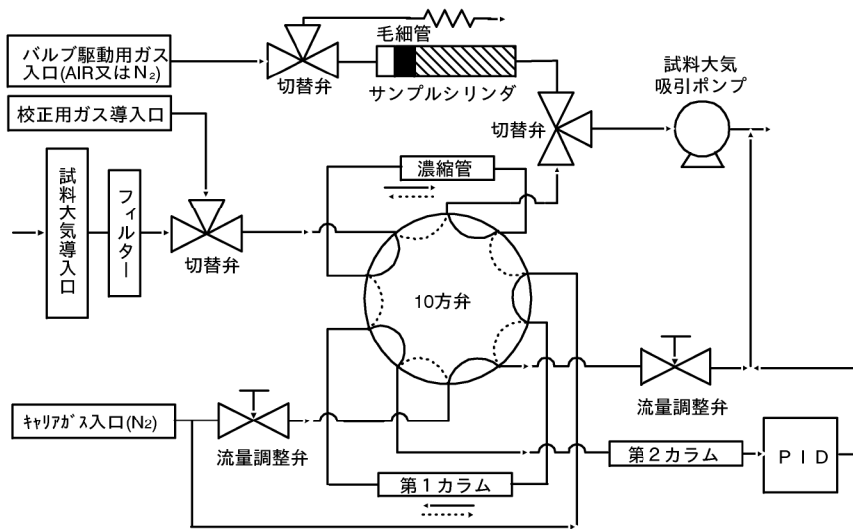
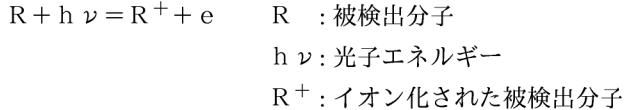


図2 APPA-365の測定フロー
Schematic flow diagram of GC-PID analyzer system (APPA-365)

2.2 PIDの検出原理

光イオン化とは、分子が光子エネルギーを吸収することによってイオン化される現象のことで、一般に次式で表わされる。



サンプルガスは、イオンチャンバ内で紫外線ランプ照射によってイオン化され、生じたイオン電流を測定する(図3)⁴⁾。

PID法は、とくに、芳香族炭化水素や有機塩素化合物などに感度が高い。

2.3 APPA-365の特長と主な仕様

(1) 特長

- ① 三種類のHAPs(BTT)をオンサイト自動連続測定が可能。
- ② 運転には専門知識や複雑な操作が不要。
- ③ 瞬時値(10分間トレンド値), 1時間平均値の出力の他、テレメータとの接続可能。
- ④ 分析部は19インチラックに収納され、他の乾式大気汚染測定装置 (AP-360シリーズ) とシステムアップが可能。
- ⑤ 小型で保守管理が容易。

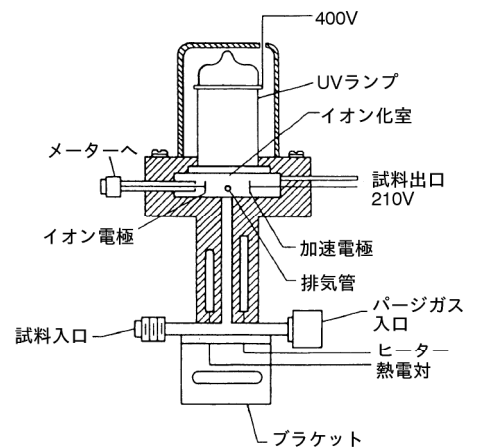


図3 PIDの検出原理
Flow diagram of photoionization detector

(2) 主な仕様

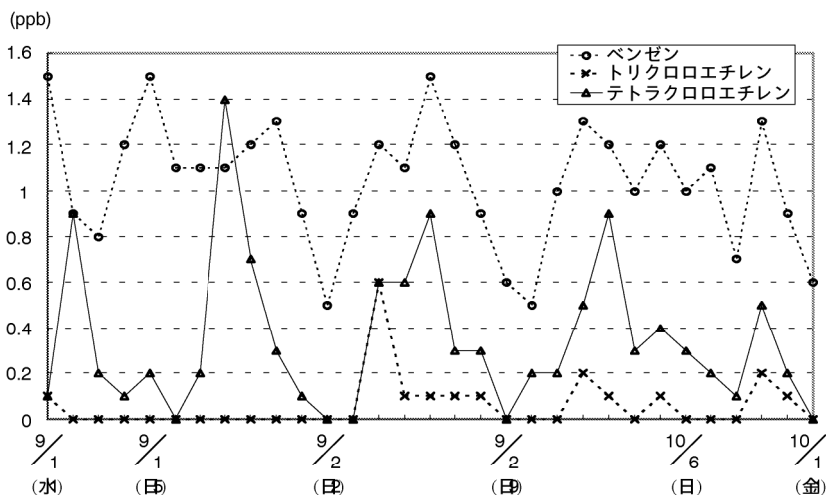
APPA-365の主な仕様を表3にまとめる。

測定成分	大気中のベンゼン, テトラクロロエチレン, トリクロロエチレン
測定原理	ガスクロマトグラフ方式 濃縮 / 光イオン化検出法
測定レンジ	0~20/50/100/200ppb (自動レンジ切替, 外部切替可)
最小検出感度	0.3ppb以下 (ベンゼン : 0.1ppb)
繰返し性	ゼロ ±2.0%F.S. スパン ±2.0%F.S.
直線性	±3.0%F.S.
安定性	ゼロ ±2.0%F.S./day ±3.0%F.S./Week スパン ±3.0%F.S. ±5.0%F.S./Week
測定周期	10分
オペレーションガス	キャリアガス : N ₂ (99.999% 400kPa) 駆動ガス : N ₂ 又は Air (400kPa)
表示	測定値, レンジ, アラーム保守画面
入出力	0~1V (又は0~10V又は4~20mAの瞬間値及び積算値又は平均値の2系統) 0~10V (クロマト出力) 接点入出力 (レンジ, モード, 外部リセット, テレメ故障, アラーム等)
周囲温度	10~35℃
周囲湿度	R.H.85%以下
電源	AC100V 50/60Hz
消費電力	定常時 100VA以下
外形寸法	430(W)×221(H)×550(D)mm
重量	約35kg

表3 APPA-365の主な仕様
Specifications of the APPA-365

3. 実装試験結果

平成8年度環境庁は(社)日本環境技術協会に委託し, HAPsの連続自動測定装置の実証試験を東京, 大阪など国内四ヶ所で実施した。APPA-365もこの評価試験に参加し好評を得た。図4に国設四条畷自動車交通環境測定所と大阪府公害監視センターで測定した結果の一部を示す。



・測定レンジ ; 0~50ppb, 測定周期 ; 10分

図4 APPA-365の実装評価結果
(自動連続測定した各10分毎の測定値から1時間平均値を演算し, 大阪府公害監視センターのテレメータに接続し, データ取り込み)
Monitoring results of HAPs by the APPA-365
(Data shows one-hour mean values at Osaka Prefectural Air Pollution Monitoring Center)

4. おわりに

以上、HAPsに関する日本国内の最近の動きと、中でも早急な対策が必要と考えられるBTT 3物質の連続自動測定装置APPA-365を紹介した。クオリティ・オブ・ライフがより強く求められる今後、APPA-365を始めとする我々の計測技術力が、その達成のために一翼を担えることを期待している。

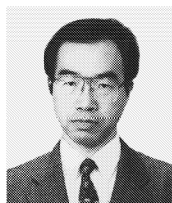
参考文献

- 1) 横山栄二, “有害大気汚染物質問題の本質 - そのリスクの評価と管理”, 資源環境対策, Vol. 32, No.5, 21-25(1996).
- 2) 大気汚染防止法の一部を改正する法律(法律第32号)(環境庁), 平成8年5月9日.
- 3) 中央環境審議会大気部会専門委員会報告, 平成8年10月18日.
- 4) G.J.シュガー, J.A.ディーン著(二瓶好正他訳), 化学計測ハンドブック, p.80, 1991.



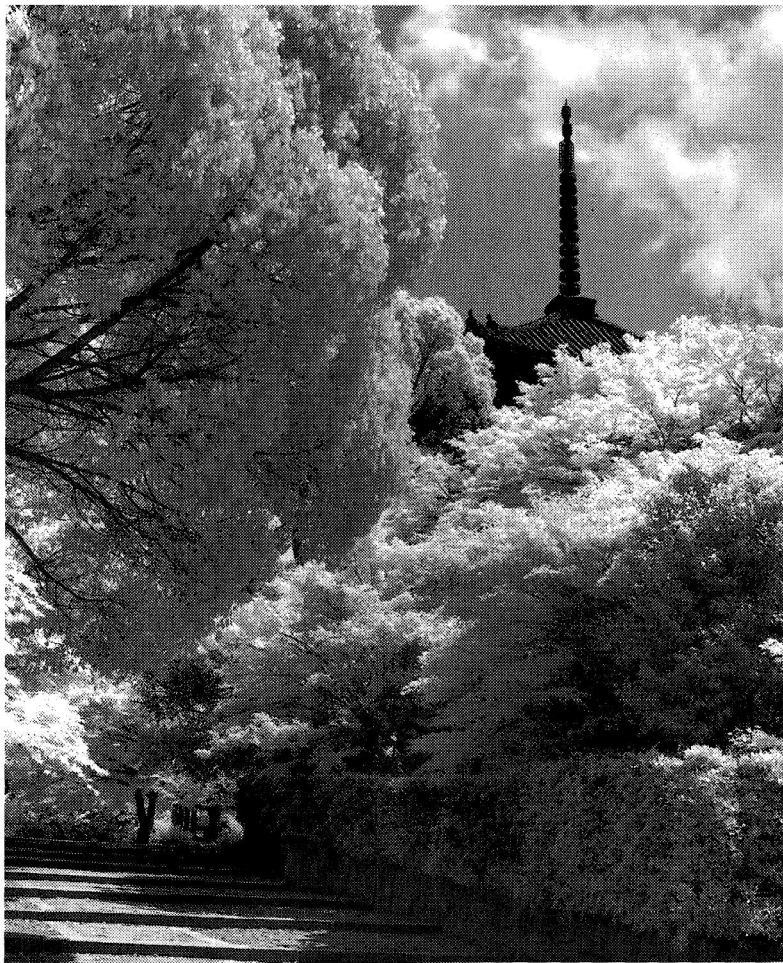
大西 敏和
Toshikazu OHNISHI

環境・工業計測開発部 係長
1973年入社
大気汚染監視用分析計の開発



寺田 邦雄
Kunio TERADA

環境・工業計測開発部 係長
1972年入社
大気汚染監視用分析計の開発



新緑 真如堂 吉永 秀

光沢計を用いたフロアメンテナンス

A Gloss Checker Applicable to Floor Maintenance Service

坂平 和博*・山崎 修一*
Kazuhiro SAKAHIRA and Shuichi YAMAZAKI

【要旨】

フロアポリッシュの製品開発では、光沢および滑りは数値を測定し評価を行っている。しかし、実際のフロアメンテナンスの現場の多くは、感性に頼った製品の評価を行っている。滑り易さについては、実際の現場で使用でき、信頼性が高く、安価な試験機がなく普及していない。一方、光沢計は持ち運びが便利で安価な試験機が開発され普及してきている。本稿では、実際に光沢計を使用したフロアメンテナンスの現場での使用状況および目的などを中心に紹介する。

Abstract

Polishing wax for floors is evaluated by the glossiness and unslipperiness of the surface on which it is applied. However, such evaluation has in the past depended on human judgment because of the lack of suitable instruments. However, there is now a handy, inexpensive gloss checker that can measure glossiness digitally, providing reliable data on the quality of wax application. This paper describes the principle of measurement of the gloss checker and its practical application by floor maintenance services in buildings and convenience stores. The problem of glossiness not always matching the human sense of beauty, especially when the floor is wet, is also discussed. Anti-slip measurement is not discussed in this paper.

* コニシ株式会社

1. はじめに

光沢は、フロアポリッシュの性能のうちで、耐ヒールマーク性(汚れにくさ)および耐スリップ性(滑りにくさ)と並び重要な性能である。

従来よりフロアポリッシュの市場での評価は、評価する人の感性に委ねられてきており、客観性に乏しいものである。フロアポリッシュの性能評価のうち光沢度は、簡易光沢計の普及に伴い他の性能が未だ感性に依存している中、客観的評価が進んでいる。

最近、光沢計の使用をメンテナンスシステムに組み込み、その測定値を基準としてメンテナンスを行っている現場もある。

そこで本稿では、光沢計を使用したフロアメンテナンスの現場の状況および目的などを、フロアポリッシュを開発しているメーカー側から見た現状を紹介する。

2. 光沢度と光沢感

光沢は、光沢度と光沢感に分けることができる。光沢度と光沢感は、異なるということをまず理解する必要がある。

2.1 光沢度

フロアポリッシュの光沢度は、光沢計によって測定することができる。光沢度は図1に示す、60度の反射率である。一般にメーカーで言う光沢とは、光沢度を指す場合が多い。光沢度は、床材の色や種類およびフロアポリッシュ膜の色などに作用されることがなく、フロアポリッシュの光沢を比較する場合に用いられる。

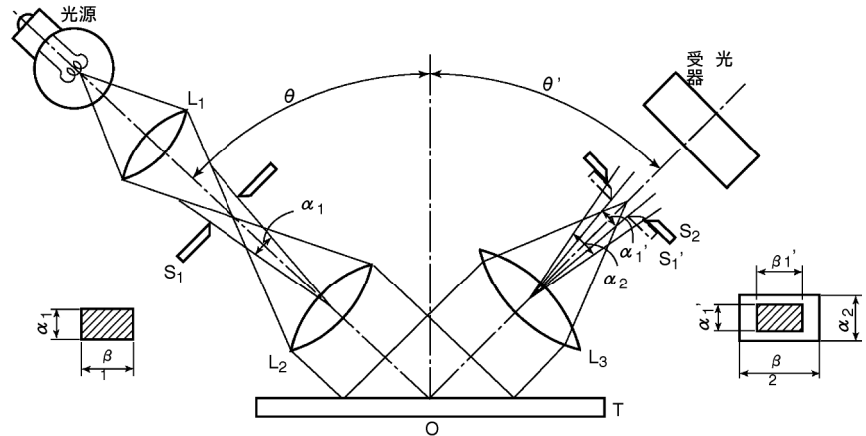


図1 鏡面光沢度測定装置概念図 (JIS Z8741)
Schematic diagram of gloss measurement system

光沢度はフロアポリッシュの性能を示す要素のうち、個人の主観の入らない値として客観性があるものである。

2.2 光沢感

光沢感とは、実際に人間が目で見えて感じられる光沢のことである。光沢感は、床材の種類や色、フロアポリッシュ膜の色に大きく影響される。同じ光沢度であっても、フロアポリッシュ膜の濁り具合や色により感じられ方が異なる。

一般にウェットルック(濡れたように感じられる状態)では、実際の光沢度と光沢感では大きな違いがある場合もある。

この光沢感は個人差が大きく、主観的なものであり、光沢度のような客観性がないので、数値化やその評価は非常に難しい。

3. フロアメンテナンスと光沢計

床面の美観を維持していく上で、汚れにくいことと光沢が良いことは重要である。フロアポリッシュの塗布後に光沢計により光沢度を測定することは、その作業が十分な光沢と膜厚を得たか否かを判断する上で大切である。

3.1 光沢を測定する意味

光沢を測定することには、次のような意味がある。

- ① 美観度を測る判断基準。
- ② 十分な膜厚があるか否かの判断基準。
- ③ 清掃後の状態の確認。

光沢計を用い光沢度を測定するのは、美観度を測る基準として意味合いが強い。人は床がきれいだと感じるためには大まかに、光沢がよいことと汚れていないことが挙げられる。美観度を上げるためには、高光沢であることが必要であり、光沢度の測定には重要な意味がある。ポリッシュの一般的な光沢上昇について図2に示す。

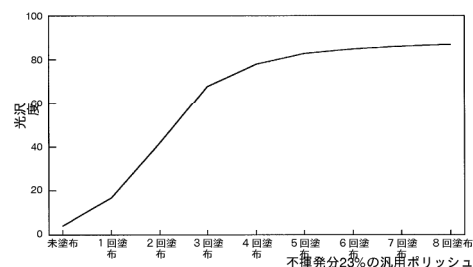


図2 光沢度と塗布回数
Glossiness vs. layers of wax coating

3.2 実際の現場で使用できる光沢計の条件

メンテナンス業者が、実際の現場へ持ち運び使用できる光沢計の条件として、次のようなことが挙げられる。

- ① 簡単に持ち運ぶことができる大きさと軽さ。
- ② 丈夫であること。
- ③ 簡単な操作であること。
- ④ 安価であること。
- ⑤ 電源が特殊でないこと。
- ⑥ 機種による測定値の誤差がほとんどないこと。

中でも光沢計が普及するために重要なのは④項である。また使用段階では、①も③も重要なことである。

4. 実際のメンテナンスの現場での使用状況

メンテナンスは、汚れたら洗浄するというウェットメンテナンスと、汚れがひどくなる前に作業を行うドライメンテナンスとに大きく分けることができる。ウェットメンテナンスでは、光沢度を測定してもあまり意味がない。しかし、ドライメンテナンスでは、大きな意味がある。

ドライメンテナンスは、色々な手法を用いフロアポリッシュ塗布直後の状態を長期間にわたって保っていくシステムである。その手法の中には、一般に超高速ポリッシャーと言われる清掃機械を使用し、皮膜の表面を削り、光沢を還元させる作業(バフing)がある。この光沢の還元性とフロアポリッシュの膜厚には、密接な関係がある。皮膜が薄くなっていくにつれ、光沢の還元性の低下が見られる。したがって、常に光沢を測定することにより、ある程度皮膜の摩耗度合いを推定することができる。このデータにより次の清掃方法の修正や、塗布量や塗布回数の増減に役立てることができる。つまり、必要な作業や無駄な作業が識別でき、効果的にメンテナンスが行える。

4.1 大型店舗およびオフィスビルでの現状

日本では大型店舗のような比較的広い場所で、ドライメンテナンスが行われてきた。これは、大型の機械を効率良く活用できるためである。フロアポリッシュの性能も、汚れにくさに重点が置かれている。しかし、光沢が無視されているわけではない。ドライメンテナンスの場合、常に光沢還元性が問われる。つまり、いくら汚れの付いていない状態であっても、光沢度が非常に低い値ではきれいであるとは感じられない。

また、ドライメンテナンスは、初めに立てたメンテナンスシステムが現場に即しているか否かを、実際に作業を行い検証する必要がある。例えば、光沢を還元させるために行ったバフing作業が、効果が現れているのかを確かめることなどである。その手段として、光沢度を測定することが挙げられる。しかし実際には、光沢計を使用して測定していることはまれである。プロの清掃業者の中には、自分自身の経験と感覚や感性によりメンテナンスの効果を判定しており、客

観性に乏しい場合がある。

今後メンテナンスシステムを発展させたり、現場に最もあった状態にしていくためには、光沢計などの測定機器が必要になるであろう。

4.2 コンビニエンスストアでの現状

大手コンビニエンスストアでは、現在店舗の美観を良くすることに力を入れている。コンビニエンスストア店舗の1/2は床面である。この床面を高光沢の状態にすることにより、来店客の受ける美観度は非常に良くなる。大型のスーパーマーケットなどの広い場所では、光沢度で50程度あれば、光沢があり、きれいに感じられるが、コンビニエンスストアでは、少なくとも70以上は必要である。

またコンビニエンスストアで日常メンテナンスを行うのは、アルバイトの素人である。素人にわかりやすく説明するには、光沢計による光沢度の測定値を示すのが分かりやすい。光沢度が数値として現れるので基準値としやすい。見た目の光沢感や汚れの状態は、素人の判断ではばらつきが大きく、今のところ基準とするには無理がある。したがって、コンビニエンスストアの清掃業者の多くは、光沢計を使用し光沢度を測定し、メンテナンスを行っている。

さらに、統一したメンテナンスシステムを構築する上で、光沢計は重要な役割を果たしている。店舗は広範囲に分布しており、全体として統一のとれたメンテナンスの状態を維持するには、光沢度を用いるのが最も分かりやすい。プロの清掃業者でも、業者間の格差はあり、仕上がり状態を統一するには光沢計の使用は不可欠になってきており、基準を示すのに適している。

5. 測定上での留意点

フロアメンテナンスに光沢計を効果的に使用するためには測定点の選定に留意する必要がある。一般に、床表面に傷や凹凸、著しい汚れがあると測定値が影響を受け易い。とくに、表面にエンボス加工などが施されている場合には注意を要する。平坦でうねりの少ない部分をフロアポリッシュの管理ポイントとして選ぶことが重要である。



坂平 和博
Kazuhiro SAKAHI-
RA
コニシ株式会社
浦和研究所 研究開発第5部
マネージャー

6. 今後期待される光沢計

フロアメンテナンス分野に光沢計が普及していくに伴い、新たな要求も生まれている。例えば、ウェットルックといわれる濡れた感じに仕上げられた床面の評価がある。現在、このような床面では、人間が目を見た光沢感と光沢計の指示値の間に差異を感じる。光沢という高度な感覚を、より定量的に把握できる光沢計が今後期待される。



山崎 修一
Shuichi YAMAZA-
KI
コニシ株式会社
浦和研究所
研究開発第5部

7. 終わりに

フロアメンテナンスにおけるフロアポリッシュの性能評価は、ともすれば主観的になりがちで人間による評価から、光沢計の数値による管理手法に置き換わりつつある。この結果、ポリッシュの性能評価やフロア的美観維持管理を、従来より客観的に、かつ効率良く行えるようになってきた。小型・軽量で扱いの容易な光沢計の登場により、その流れは加速している。一方、光沢計がフロアのメンテナンスシステムに導入されていくに従い、現場で使用の上での課題もいくつか指摘されるようになっている。これらの改善を含め、今後とも一層の努力を期待したい。

ハンディタイプ光沢計 IGシリーズ

Hand-held Instruments that Indicate Surface Glossiness in Digits; The IG Series Gloss Checker

操谷 俊之
Toshiyuki KURITANI

【要旨】

操作が簡単で携帯性に富み、電源を入れるとすぐ使え、しかも価格も手頃なハンディタイプ光沢計IGシリーズを開発・製品化した。本稿では、木器の測定原理、機器構成を述べるとともに、床面の清掃作業や石材の表面加工の仕上がり状態の判定用などへの応用例を紹介する。

Abstract

Industrial operations require the instrumental measurement of surface glossiness for quality control. The IG series Gloss Checker instantly indicates the results of gloss measurement when the instrument itself or its probe is placed on the subject. The battery-operated unit employs the near-infrared pulsed LED technique and is enclosed in a compact case with a digital data display. The principle of measurement, the standards of glossiness, the manner of operation, the specifications, and some field applications of the IG series Gloss Checker are described herein.

1. はじめに

外観やデザインが商品の売れ行きを左右する時代にあつて、さまざまな分野で、商品の表面光沢をより細かく管理することが求められている。商品の生産や品質管理の現場における光沢検査は、人の視覚による検査に頼ることが多かったが、従来より細かな管理が求められるようになり、個人差やばらつきなどが無視できなくなってきた。表面の光沢の度合いを数値で把握し、品質の標準化・作業の効率化のために作業現場で使用するのに適した光沢計が望まれている。そこで、操作が簡単で携帯性に富み、電源を入れるとすぐ使え、しかも価格も手頃なハンディタイプ光沢計IGシリーズを製品化した(図1)。

2. 光沢の測定法¹⁾

2.1 光沢とは

光沢は、物の表面に光源の像を映し込む性質のことであり、「つや」、「てり」などさまざまに表現される心理的・感覚的な物理量である。従つて、人は、誰もが経験に応じてそれぞれの尺度を持ち、またその時々周囲の明るさや体調、精神状



図1 光沢計 IG-320
Gloss Checker IG-320

目視検査	測定器による検査
照らす光	光源
材料表面の光学的性質	表面の形状、屈折率、光吸収特性
それを見る眼	検出器
しっかり見極める頭	測定方法
見ている時の気持ち	信頼性、外乱特性

表1 光沢検査の要素技術
Elemental factors for glossiness measurement

光沢を認識する手段	測定方法
眩しさ(鏡面反射光の強さ)	鏡面光沢度測定
鮮明さ(結像の鋭さ)	鮮明度測定
明るさ(濃度・色)	濃度測定、色彩測定

表2 光沢の評価因子と測定法
Evaluation factors of glossiness and the measurement methods

態によっても判定結果に差が出るため、視覚による検査の場合、常に客観性を持たせることは非常に難しい(表1)。一方、測定器による検査の場合、使用する環境条件に対して安定な光源や検出器を用いれば、個人差や環境条件によらず常に一定の基準で判定が可能となる。しかしながら、測定方法については人の感覚と完全に合致する測定方法が確立されていないため、測定目的や材料表面の構造に応じていくつかの測定方法を使い分けているのが現状である(表2)。例えば、反射光の「まぶしさ」(鏡面反射する程度の大小)に着目する場合には鏡面光沢度測定法を、反射像の「シャープさ」に着目する場合には鮮明度測定法を、全体の明るさや色合いで判定可能な場合には濃度計や色彩計を使うなどさまざまな測定方法がある。現在、最も一般的で広く使われている方法は、鏡面光沢度測定法であり、日本工業規格(JIS)²⁾や国際規格(ISO)³⁾などに規格化されている。この方法は構成が比較的単純で、低光沢から高光沢まで適用範囲が広い点が特長である。

2.2 鏡面光沢度測定法

物体に光が入射すると、表面で一部は反射されたり、一部は透過・吸収される。反射光は、物体表面の特性に応じて、鏡面反射光と拡散反射光の二種類に分けられるが、多くの場合、両者が組み合わされた形で反射する(図2)。ガラスや金属の研磨面などは鏡面反射光成分が多くなり、私たちは光沢度が高いと感じる(図3(A))。逆に、すりガラスや和紙などの場合は、拡散反射光成分が多くなり、光沢度は低いと感じる(図3(B))。この鏡面反射光の強度を、一定の開口を通して検出する方法が鏡面光沢度測定法である。

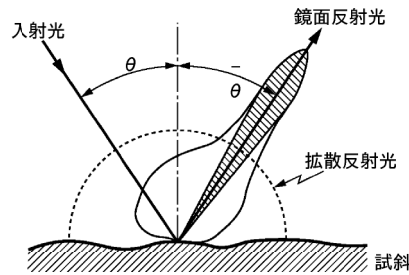


図2 反射光の空間分布
Reflection and scattering on the surface

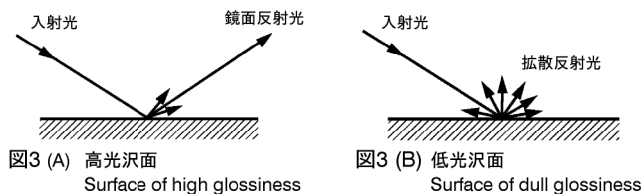


図3 (A) 高光沢面
Surface of high glossiness
図3 (B) 低光沢面
Surface of dull glossiness

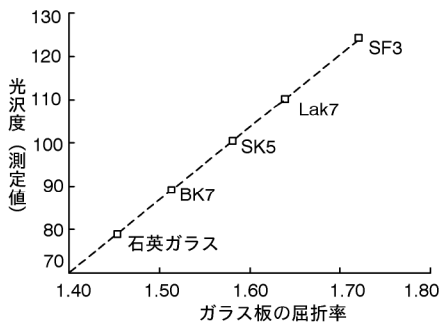


図4 ガラス板の屈折率と光沢度の関係
Glossiness to refractive index of glass plate

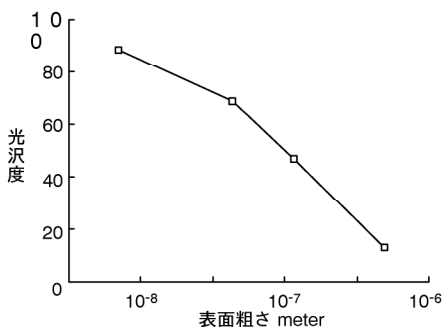


図5 表面粗さと光沢度の関係
Glossiness vs. roughness of surface

2.3 光沢度の基準について

鏡面光沢度測定法で得られる値は、測定対象の屈折率、吸収率、および表面粗さの三つの要素の関数で表わされる。従って、吸収がなく表面が鏡面に研磨された平板ガラスの場合には、光沢度は屈折率のみの関数となり、屈折率を実測すれば光沢度を算出することができる(図4)。表面粗さと光沢度の関係を図5に示す。JISでは、入射角60°で鏡面反射率が10%になる屈折率1.567のガラス鏡面を、光沢度100と定めている。しかし、屈折率1.567のガラスは化学的に不安定で標準板としては実用上不便な点が多いため、ホウケイ酸ガラス(BK7などが一次標準板(光沢度90前後)として用いられることが多い。なお、不要な光による影響を取り除くために、標準板の裏面や側面には反射防止処理が施されている。一方、製品の生産や品質管理の現場では、加工や表面処理方法に応じて各々二次標準(塗料見本や限度見本)を製作し、比較測定することが多い。

3. IGシリーズ

ハンディ光沢計IGシリーズの製品仕様を表3に示す。IG-310とIG-320は、同一の光学系を使用している。IG-310は基本性能を保ちつつ、操作や取り扱いを簡素化した普及型で、表示分解能は1、IG-320は指示の安定性を高めて表示分解能を0.1に拡大するとともに、メモリ機能や平均値演算機能を付加した高機能型である。

3.1 特長

IGシリーズは、次のような特長をもっている。

(1) 携帯性に富む

- 小型(ハンディサイズ)で軽量(370g)。
- ケースが堅牢で、振動や衝撃にも強い。
- 水分や粉塵が内部に侵入しにくい。

(2) 操作が簡単

- 電源投入後直ちに測定可能。
- 光源の交換不要(半永久的)。
- 保護キャップを兼ねた基準板により校正が容易。

(3) 高い安定性(図6)

- 優れた指示再現性。
- 測定現場の明るさや周囲温度の影響を受けず安定な測定が可能。

3.2 光学系

IGシリーズの光学系は鏡面光沢度測定法に準じて構成されている(図7)。光源と受光器は、測定面に垂直な方向に対し、それぞれ60°の角度で対向させて配置されている。光源からの光はレンズを通して平行光となり測定面に入射する。反射光はレンズおよび鏡面反射成分だけに制限するスリットを介して受光器に集光される。

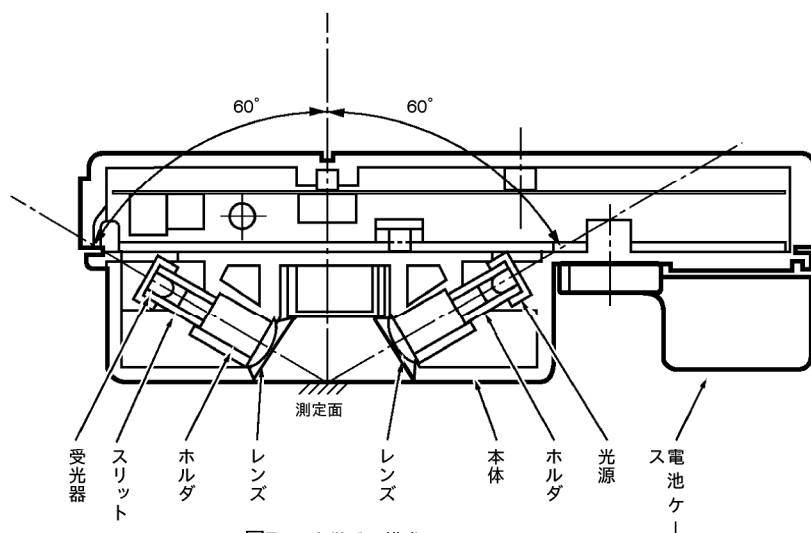


図7 光学系の構成
Construction of optical system

項目	IG-310	IG-320
測定範囲	0~100	0~100.0
測定面積	12×6mm	12×6mm
表示範囲	0~199	0~199.9
入射・受光角	60°/60°	60°/60°
再現性	±3%FS	±0.5%FS
指示分解能	1	0.1
電源	乾電池 1ヶ DC9V (S-006P)	乾電池 1ヶ DC9V (S-006P) リチウム電池 1ヶ DC3V (CR-2025)
重量	370g	400g
使用温度範囲	0~40°C	0~40°C
保存温度範囲	-10~50°C	-10~50°C
オートオフ	—	◎
自動校正	—	◎
メモリー (99点)	—	◎
平均値演算	—	◎

表3 IGシリーズの製品仕様
Specifications of IG-310 and IG-320

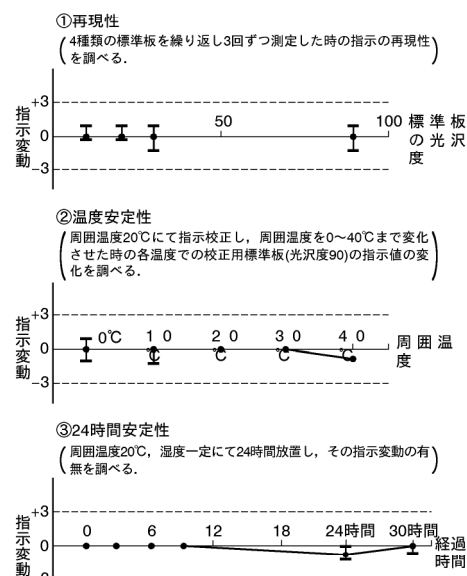


図6 指示の安定性に関する測定例
Repeatability, ambient temperature effect and 24-hour stability

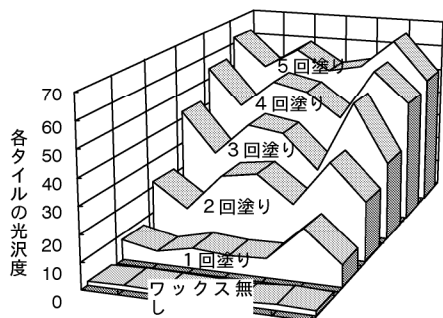


図8 ワックスがけの回数と光沢度の関係
(ノンアスベスト系床用タイル)
Glossiness of waxed surface of non-asbestos floor tile

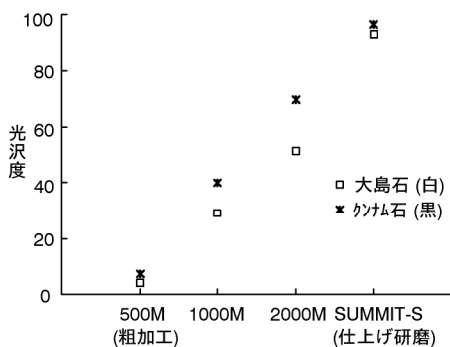


図9 石材の加工粗度と光沢度
Glossiness of polished surface of stone

4. 測定例

光沢計で測定される値は、測定面の構造や特性(表面粗さ、屈折率)と密接な関係があり、測定結果を正確に理解するためには、これらを十分に把握しておくことが重要である。以下に、代表的な測定例を紹介する。

4.1 フロアメンテナンス

店舗では、床面の美観維持は特に重要である。床面の点検、清掃時期の判定、清掃作業効果を数値で、しかも効率良く管理するために、光沢計IGシリーズが使われている。図8は、フロアにワックスがけをした時の回数と光沢度との関係を示す。ワックスを塗布するごとに光沢が上昇していく様子がわかる。

4.2 石材の表面加工

石材は墓石のみならず、建物の内装材や外壁材など多種多様に使用されるようになり、表面の加工状態を数値で客観的に管理することが重要となっている。従来、経験豊かな専門の技能者が目視検査を行ってきたが、最近は各加工工程ごとの管理基準を定めて、常に一定の仕上がりを維持することができるよう、光沢計の利用が進んでいる(図9)。

5. おわりに

以上、光沢計IGシリーズは、携帯性の良さ、簡易な操作、高い指示安定性などの特長を生かし、幅広い分野で手軽な光沢度モニタとして普及が進んでいる。特に床面の清掃作業や石材の表面加工の仕上げ状態の判定に用いるツールとして積極的に取り入れられ、累積出荷台数は既に20,000台を越え、今やこれらの業界では標準機としての評価を戴くようになった。この他、塗装工場における品質管理や、各種ワックスの評価、コンビニ店の効率的な美観維持用など、多くの用途が提案されている。今後ともご使用頂くユーザーの皆様と、ともに考え、自ら研鑽を積み重ねることにより、一層広い分野でお使いいただけることを期待している。

参考文献

- 1) 操谷俊之, “包装技術便覧: 第6編 7.光学的特性(3)光沢度”, 日本包装技術協会(1995), p.1414-1417.
- 2) 日本工業規格 JIS Z8741(1996) “光沢度の測定方法—鏡面光沢度”.
- 3) ISO 2813(1994), Paints and varnishes-Determination of specular gloss of non-metallic paint film at 20°, 60°, 85°.



操谷 俊之
Toshiyuki KURITANI

コンシューマ製品開発部 係長
1979年入社
小型計測機器の開発

軽元素用液体窒素レス半導体X線検出器

Liquid Nitrogen Free X-ray Detector for the Analysis of Light Elements

新井 重俊
Shigetoshi ARAI

【要旨】

液体窒素による冷却の必要が全くない軽元素用液体窒素レス半導体X線検出器を開発した。この検出器は、超高純度シリコン素子、大気圧に耐える軽元素用X線窓材、およびパルスチューブ方式の高性能冷凍機などの要素技術を使用し実現した。本稿では、これらの要素技術と得られた性能を紹介する。

Abstract

One of the latest advances in energy dispersive X-ray microanalysis systems for the light element is the development of a semiconductor detector which is free from the need for liquid nitrogen. The improvement was based on the development of an X-ray detector made of ultra-pure silicon crystal, windows transparent to X-rays from the light elements and durable in alternate exposures to vacuum and atmospheric conditions, and a pulse tube cooling system that does not require liquid nitrogen. The energy resolution of 73eV at Fluorine was attained. The development and the performance of the system are described in this report.

1. はじめに

高分解能を必要とするエネルギー分散形の元素分析装置には、リチウムドリフト形シリコンX線検出器(Si(Li)検出器)が広く使用されてきた。しかし、Si(Li)検出器は、シリコン結晶内部の不純物を補償しているリチウムが室温では移動しやすく、常に液体窒素で冷却しておく必要がある。さらに、この冷却は、リチウムの拡散を防止するだけでなく、検出素子やプリアンプの初段部の低雑音化のためには欠くことができないものである。しかし、液体窒素の補給は、日常のメンテナンスとしては煩わしいものであった。

そこで、液体窒素に代る冷媒として、種々の冷凍機による冷却が試みられてきたが、冷凍機の振動影響や冷却能力不足によるエネルギー分解能低下が問題とされてきた。また、あらゆる分野で炭素、窒素などの軽元素分析は非常に重要になるなかで、従来のシリコンX線検出器では真空中で検出器の窓材を切り換えることで軽元素の分析を可能としてきたが、切り換え時の汚染により感度劣化を招く原因ともなっていた。

そこで当社では、超高純度シリコン結晶による検出素子、および軽元素用耐大気

圧X線窓を備えた、使用時のみ液体窒素補給が必要な軽元素用X線検出器Super Xerophyを製品化してきた。さらにこのたび、高性能冷凍機を装備することにより、液体窒素の補給を全く必要としない液体窒素レス軽元素用X線検出器の開発を行った。

2. 液体窒素レス軽元素用X線検出器の要素技術

2.1 超高純度Si検出素子

X線は透過力が大きいので、X線検出器に使用されるSi素子は2~3mmの厚さが必要となる。X線の検出は、検出素子に高電圧を印加して内部に作られる空乏層中で行われるため、従来のSi(Li)検出素子では素材となるp形シリコン結晶の欠陥をリチウムを拡散させ補償することにより、厚さ数ミリの高比抵抗層を持った素子を製作している。しかし、リチウムは熱拡散により結晶中を非常に移動しやすいため、検出器を使わないときでも常に液体窒素で冷却しておく必要がある。この煩わしさから解放されるため、超高純度Si結晶を使い、測定時だけに液体窒素で冷却すればよい検出器の開発を行った¹⁾。

この素子の開発においてはX線の入射面における不感層の大幅な低減を行い、耐久性だけでなく、軽元素の検出感度も大幅に向上した。不感層の低減により、**図1**のMnの特性X線スペクトルではP/B比(ピーク対バックグラウンド比)で27000/1と非常に低いバックグラウンドが得られている。また、**図2**は各種元素の特性X線のエネルギー分解能におけるエネルギー依存性を示すが、不感層の影響が出やすいSiの吸収端や軽元素域においても分解能の劣化は見られない²⁾。

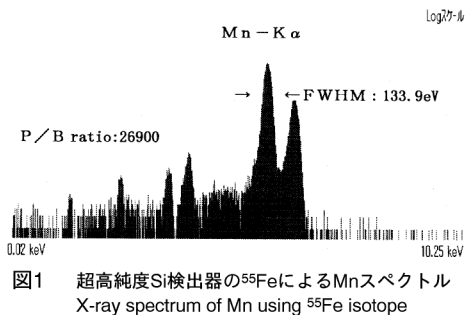


図1 超高純度Si検出器の⁵⁵FeによるMnスペクトル
X-ray spectrum of Mn using ⁵⁵Fe isotope

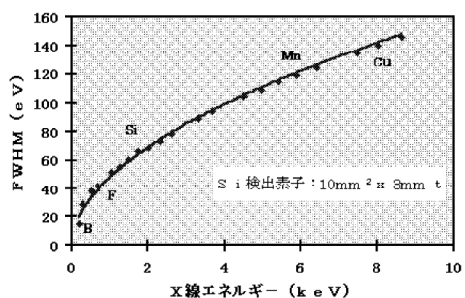


図2 Si検出素子の特性X線に対する分解能
Energy resolution of ultra-pure Si detector

2.2 軽元素用X線窓

炭素や窒素などの軽元素の特性X線に対する検出感度は、X線用窓材、および検出素子の特性で決定される。従来のシリコンX線検出器は検出器を取り付けたチャンバを高真空に保った状態で、X線検出窓を軽元素用窓材または窓のない状態に切り換えることで軽元素の分析を可能としてきた。一方、液体窒素で冷却する必要から検出器内部は高真空に保たれており、ディフュージョンポンプなどによる真空下での窓の切り換えは、検出器の内部を汚染させ感度低下を招く恐れがあるため操作に注意を必要とした。さらに、長期間の使用により検出器内部に吸着されたガスは液体窒素がなくなり、昇温すると吸着剤より放出され検出素子を劣化させる可能性がある。

そのため大気圧に耐えうる軽元素用薄膜を窓材とし、超高純度Si素子に組み合わせることにより、室温状態でも保存が可能な軽元素検出器の製作が可能となった。この検出器はSuper Xerophyとして製品化しており、外観を**図3**に示す。

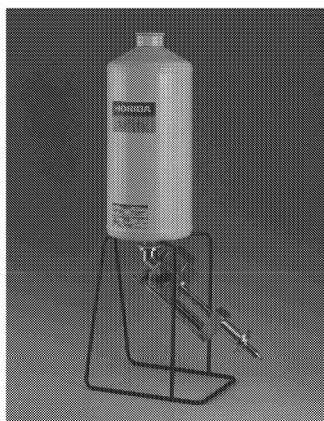


図3 スーパーゼロフィー検出器
Super-Xerophy detector with LN₂ dewar

2.3 高性能冷凍機

液体窒素による冷却は、リチウムの移動を防止するだけでなく、検出素子の漏れ電流やプリアンプの初段部の熱雑音を減少させることによる低雑音化が最大の目的であり、超高純度Si検出器においても欠かせないものである。液体窒素補給の煩わしさから開放されるために、従来より種々の冷却方式が試みられてきた。しかし、G-Mサイクルに代表される膨張・圧縮を繰り返す冷凍機ではコンプレッサによる振動影響が、また、ベルチェ冷却では冷却能力不足など、いずれもエネルギー分解能を低下させる原因となる。

冷却方式の選択は、軽元素の分析能力、試料室の大型化等の点から、液体窒素温度付近までの冷却能力を持つことが不可欠である。そのような冷凍能力を持ちなが

ら低振動な冷却方式として、パルスチューブ冷凍機が近年注目を集めている³⁾。

パルスチューブ冷凍機は圧縮機(コンプレッサ)で作られた高圧と低圧のHeガスを、圧力切換バルブで生じさせた圧力波を、連結管を介してコールドヘッドに送って冷却するものである(図4)。パルスチューブ冷凍機の冷凍部は、可動部を全く持たず、圧縮機とはバルブ切換ユニットで分離されているため、振動がほとんど伝わらない。また、その冷却能力においても液体窒素の温度をはるかに上まわる到達温度を持ち、図4に示したバッファタンクや絞り弁を冷凍部に組み込むことにより非常に小型の冷凍機となる。

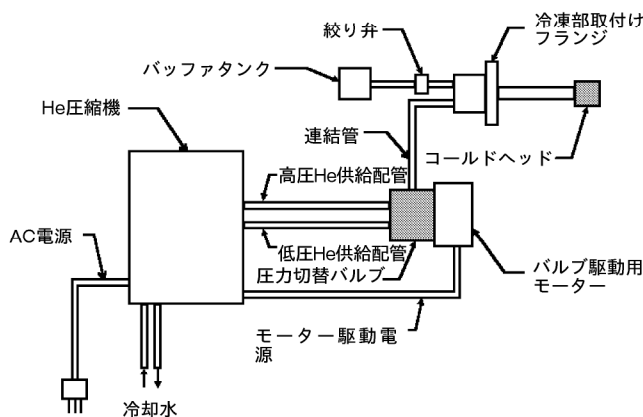


図4 パルスチューブ冷凍機構成図
Schematic diagram of pulse tube cooling system

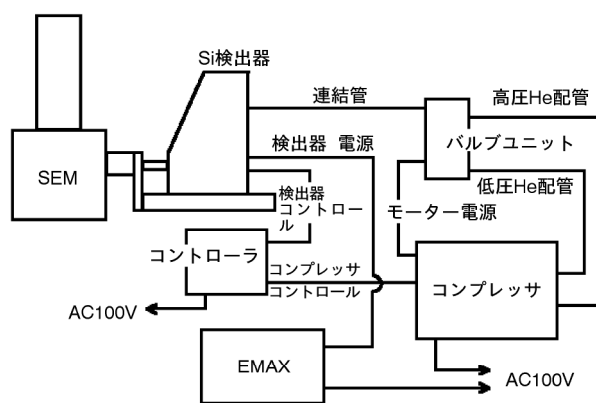


図5 液体窒素レス検出器ユニット構成図
Configuration of LN₂ free X-ray detector system

3. 液体窒素レス検出器

今回、開発したパルスチューブ冷凍機による液体窒素レス検出器のユニット構成図を図5に示す。コンプレッサは、空冷方式を採用しながらも外形寸法が302(W)×334(H)×402(D)とコンパクトであり、電源もAC100Vであるため据付けに際し特別な工事は必要としない。また、寿命としては4万時間を目標として開発したものである。

表1に仕様を示す。冷凍機のON/OFF、冷却状態の管理、検出器の前後移動等の操作は全て付属のコントローラで行うようになっており、検出器の側まで行き操作を行う必要はない。検出器の外観(図6)は、液体窒素のデューワーが不要なため非常にコンパクトになっている。

項目	仕様	
検出素子	超高純度Si 10mm ² X3mm	
エネルギー分解能	⁵⁵ Fe-MnK α線	138eV以下
	F-K α線	85eV以下
P/B比	10,000/1以上(⁵⁵ Fe 1000cps.)	
検出可能元素	B (Z=5) ~ U (Z=92)	
冷却方式	パルスチューブ冷凍機	
温度サイクル	制限なし	
コントローラ機能	<ul style="list-style-type: none"> 昇温時の高電圧カットオフおよび温度モニタリング 冷凍機動作管理 (冷凍機ON/OFF制御, 動作異常管理, 冷却時間管理) 検出器前後移動制御 	
検出器前後移動機構	モータードライブ方式	
電源, 消費電力	AC100V, 50/60Hz 1kVA	

表1 液体窒素レス検出器 製品仕様
Specifications of LN₂ free X-ray detector

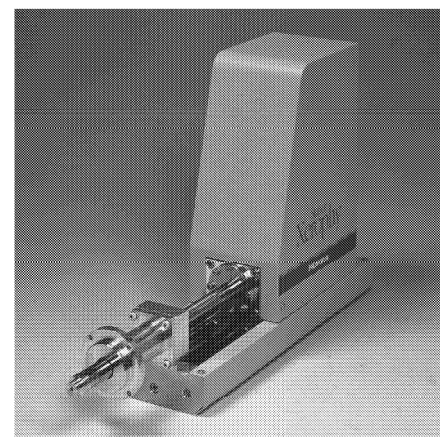


図6 液体窒素レス検出器の外観
Super-Xerophy GX detector (Without LN₂ dewar)

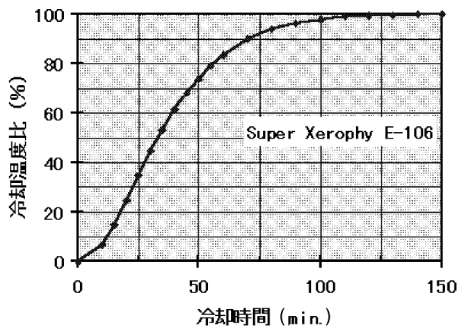


図7 液体窒素レス検出器の冷却特性
Characteristics of detector temperature

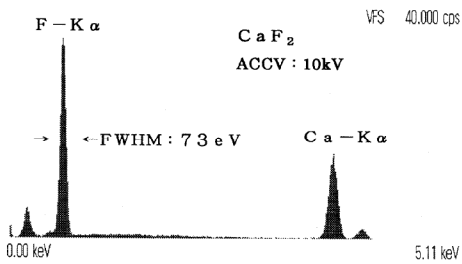


図8 液体窒素レス検出器によるCaF₂スペクトル
X-ray spectrum of CaF₂

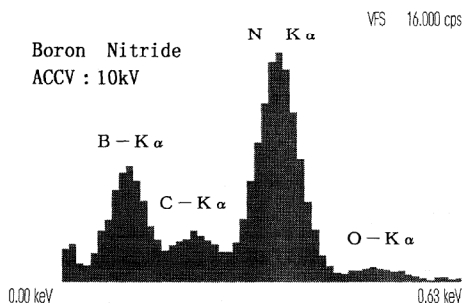


図9 液体窒素レス検出器によるBoron Nitrideのスペクトル
X-ray spectrum of Boron Nitride

製作技術が進歩した現在ではリチウムドリフト形の検出素子でも連続冷却の必要がないものも増えているが、冷却しない時はクライオスタット内部の真空度を保つためイオンポンプを装着し連続通電を行っているものもある。それに対し、超高純度Si素子の場合はそのような保護機構を設ける必要はなく、使用する時に冷凍機の電源を入れるだけでよい。冷却速度は、検出器の形状により多少異なるが、図7にその一例を示す。電源投入後約90分で使用可能な状態になる。

従来、液体窒素レス検出器の最大の問題は、冷凍機の振動、あるいは冷却能力が低いことによるエネルギー分解能の低下である。エネルギー分解能の低下は、特に軽元素の分析に影響を及ぼす。通常、低エネルギー域のエネルギー分解能はフッ素の半値幅で評価される。図8はフッ化カルシウム(CaF₂)のスペクトルを示すが、半値幅として73eVと良好な値が得られている。

また、図9に示した窒化ホウ素(BN)のスペクトルにおいてもホウ素、炭素、窒素、酸素の各ピーク、およびホウ素と電気雑音によるノイズピークとの良好な分離が得られており、液体窒素冷却タイプとの比較においても全く遜色ないものである。

4. おわりに

超高純度シリコン、軽元素用X線窓、高性能冷凍機などの要素技術を組合せて、操作性、保守性に優れ、しかも液体窒素冷却検出器に匹敵する性能の液体窒素レス軽元素X線検出器を開発した。

本検出器は、当初、液体窒素の入手が困難な場所での使用を考えたものであるが、最近では、むしろクリーンルームなど、液体窒素を取り扱うこと自体が問題視される場所での使用が注目されている。さらに、コンパクトさを生かし、他の生産・評価機器に組込むなど、新たな用途が期待されている。

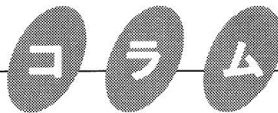
参考文献

- 1) 新井重俊, “超高純度シリコンX線検出器(ゼロフィー)”, Readout, 2, p.49-56 (1991).
- 2) J.J.McCarthy, “The Effect of Detector Dead Layers on Light Element Detection”, X-ray spectrometry in Electron Beam Instruments, Plenum (1995), p.67-81.
- 3) 井上龍夫, “パルス管冷凍機の研究開発の現状”, 低温工学, Vol.26, No.2, p.98-107 (1991).



新井 重俊
Shigetoshi ARAI

科学計測開発部 係長
1978年入社
X線元素分析装置の研究開発



ふたりごと

あるとき私の中の一人の男Aがぶつぶつ言った。「地球の環境汚染が大問題になっているそうだが、これはエントロピー増大の法則と関係ありそうだなあ。この世の全てのものは放置しておくとも必ずエントロピーが大きくなる。地球環境もこのままにしておくとも、エントロピーが増えてだんだん汚染が進むってことだろうか？」

すると私の中のもう一人の男Bがわかったような口ぶりで応じた。「エントロピーとは、状態数の対数にボルツマン定数をかけたものだ。ものを生産し消費するという事は、状態数つまりエントロピーが増大するという事だ。だから、地球環境は、エントロピー増大の法則に従って、今後ますます悪化する。と言って、消費は減らせそうもない。……じゃあ、リサイクルするしかない！」

A：「だけどねえ、産業廃棄物や家庭からのゴミの山の山を仕分けして、元の状態に戻して使うには大変なエネルギーがいるんだよ」

B：「エネルギーを投入しなかったり、エネルギー源が枯渇するとどうなるの？」

A：「地球環境は汚染を続け、人類はゴミや汚染の中で生活することになる。体がむしばまれ、遺伝子にも影響がでて、やがて人類は滅亡するのさ」

B：「結局、地球環境問題はエネルギー問題なのですね」

A：「その通り。そして文明の存続にも関係があるのだよ」

と言って、続けた。「かつて文明は、エネルギーの補給が途絶えたとき、こつ然と消えたではないか。メソポタミアでは、オノという道具を発明したギルガメシュが森を伐りまくって、森の神フンババを殺すことによってエネルギーを獲得し、文明を築いた。やがて燃料の木がなくなってきたことに気がついた。が、時すでに遅し。自ら築いた文明を自らの手で消滅させてしまったのだ。さてさて、現代のギルガメシュ達は現在の地球文明の危機をどう考えているのやら。」

Bはすかさず言い返した。「チョット、チョット、あなたもギルガメシュの一員なんだよ。……」

(基礎技術開発部 板谷紀雄)

The Sun Breeds Beautiful Flowers : ABX S.A.

Brice PROUVE

Profile of ABX

Anyone could visit ABX and just enjoy walking along path full of flowers and green grass around several small buildings. But the serenity of this place hide such fruitful reputation that nothing could prevent from knowing ABX productive activity safely guarded behind each windows. Today, ABX, located in the capital of medicine in the Parc Euromedecine of Montpellier is the head office and production site of Hematology activity of HORIBA since June 28,1996. The approval of the acquisition of ABX by the Boards of Directors of HORIBA establishes ABX as the HORIBA international supplier of hematology instruments. ABX is able to produce new generation of fully automated hematology analyzers which ranks HORIBA the 5th hematology manufacturer worldwide.

ABX has been staffed with experienced personnel in marketing, sales, service, manufacturing and research management since 1983. ABX could then design a new generation of fully automated hematology analyzer called the Minos. Within a short time, ABX established its reputation in France and challenged the export market by exporting Minos beyond Europe in 1985.

Today, more than 6,000 ABX instruments are found in more than 140 countries around the world. ABX exports through a network of direct distributors in 6 countries in Europe, 73 countries around the world, 28 countries in Eastern Europe, 39 countries with Roche DMA and affiliates, and HORIBA in Japan. The need to satisfy some of the most demanding international customers has been keeping ABX staff on its toes. During its first 6 years, ABX developed 12 different automated instruments. In 1987, ABX instruments passed stringent tests before being allowed to enter the competitive markets of Japan and USA. ABX instruments also passed the TÜV tests of West-Germany. At the end of 1989, ABX sales abroad exceeded domestic sales.

Some figures

	Turnover	Headcount	Export
1983	3M(F.Fr.)	12	
1986	40M(F.Fr.)	66	33%
1988	100M(F.Fr.)	120	
1992	222M(F.Fr.)	250	72%
1994	194M(F.Fr.)	260	75%
1996	4.5B(Yens)	270	80%

ABX and HORIBA since 1985

ABX and HORIBA had built the closed corporation under the following steps.

1985 : ABX is looking for a Japanese partner

1987 : Distribution agreement between HORIBA & ABX

1989 : HORIBA manufactures its own analyzers in Kyoto (3 models under ABX license) and gradually covers 20% of its domestic market : >1,600 instruments installed

1995 : ABX & HORIBA jointly develop a small automatic instrument for the Japanese market : LC-220 produced in Montpellier

1996 : HORIBA becomes 100% shareholder of ABX

Facilities-Site building

ABX plant in Montpellier occupies a total space of 33,456 sq. meters. This space is divided between offices and support facilities :

Total Area	: 33,456m ²
Instrument Manufacturing and Storage	: 6,420m ²
Reagent Production and Storage	: 8m ²
Research & Development Building	: 1,920m ²
Administration	: 1,445m ²
Training	: 224m ²
Social Activities	: 644m ²

At the vanguard of technology

Today, ABX is one of the five world leaders in the field of automated hematology analyzers. At the beginning of 1997, ABX will introduce the VEGA Reticulocyte Hematology Analyzer, a high performance analyzer which provides, directly from closed tubes (at a throughput of 120 samples per hour), a full blood picture for 36 parameters including a total leukocyte count.



Instrument Production

ABX assembles and test Hematology Systems in its production center.

The number of systems produced does not justify the investment in highly specialized equipment. ABX production is then very flexible and can organize different workshops to respond rapidly to different production requests by modifying its manufacturing line in a polyvalent manner, both for equipment and labor. This gives ABX the capacity to increase production up to 250 systems per month.

Location : In Montpellier, France.
Setup : 8,000 square meters
Employees : 120 people
Volume : 2,200 instruments / year,
900 tons of reagents / year
Purchase : 1 million parts / year
Suppliers : 310

Several manufacturing workshops are minimized and easy to scheduled simultaneously. They share the same tools ; the logical sequence of operations differs from one product to another on similar or specific work stations.

Modular work stations are created to respond to countries requirement with various product specifications. This efficient modular concept avoid production delay. At mid stage, various sub-components are developed and used on different finished products.

ABX production uses sophisticated Computer-aided Production Management (GPAO) with the latest MRPII calculation methods (Material Requirement Planning). The GPAO has following two objectives.

- to manage the flow of materials (replenishment, sub-components, finished products)
- to manage costs and capacities

ABX maintains low manufacturing cost without losing points on the quality scale and challenges competition worldwide. Permanent actions are undertaken in :

- search for new suppliers (bids),
- reduction in manufacturing time (development of tools, work station studies, ergonomics),
- balancing internal production and subcontracting,
- value analysis.

In the past, manufacturing process has rendered a product consistent with the specifications required by its designers. Market requirements raised new definition : quality and adaptation of products to real present and future needs of end-users who are continuously inside and outside client/supplier. As part of a general approach of ABX, to answer these needs as well as guarantee the flexibility and mobility of the personnel, ABX production is now developing a plan of action using ISO-9000 standards.

ABX R & D

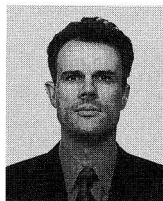
ABX proved its great ability in innovation by developing 18 Hematology Analyzers within 13 years with 19 registered patents.

Main products are following :

- MINOS (11 models)
- PAM
- ARIANE
- HELIOS
- ARGOS
- MODULE 5 DIFF
- MICROS
- VEGA and VEGA Reticulocytes

ABX goal

ABX shall rank 3rd of the international hematology players at the end of the century and shall lead the market during the third millennium.



Brice PROUVE

ABX S.A.
Marketing Business
Development Manager

ABX社は、フランス・モンペリエに血球計数装置の専門メーカーとして設立されました。以来、その高い技術力と販売力をベースに、各種の血球計測装置の製造販売で着実に成長し、1996年度には240M F.Frの売上げが見込まれています。ABX社と堀場製作所は、1987年に販売契約を締結し、その後、生産移管、共同開発へと進み、1996年6月には堀場製作所は同社の株式を100%取得し、ホリバ・グループの有力な一員に加わりました。医療の高度化が進む中、ホリバグループの臨床検査関連機器の研究開発、生産、そして販売の拠点として期待されています。



新緑 東福寺 吉永 秀

持続可能社会へ向けた分析センターをめざして — 分析ノウハウの蓄積と活用 —

Analytical Techniques Developed at the HORIBA Application Center

池田 昌彦
Masahiko IKEDA

【要旨】

堀場製作所の分析センターは、お客様に当社の製品の性能をご理解いただくことを主な目的として1982年に発足した。当センターでは、分析結果のより高い信頼性を確保するために、種々の試験・研究機関と共通試料の分析結果の検討会を行ったり、新たな分析手法の研究・開発に取り組んでいる。本稿では、サンプルの前処理、分析機器の保守、標準物質開発の実測、さらに分析データの紹介を行う。

Abstract

The HORIBA Application Center was opened in 1982 as a service laboratory to verify the applicability of analytical instruments. To assure the reliability of data the center exchanges the results of analysis of reference materials with the authorized standards organizations for correlation and develops analytical techniques to solve the problems related to the various samples in question through experimental studies. This report describes some of those especially for sample treatment, the maintenance programs of the equipment and the reference materials, and the system for integrating analysis data at the Application Center.

1. 分析機器メーカーにおける分析センターの役割

当社で分析センターの名称が使われたのが1982年、今から約15年前である。その後、組織や設備の拡充がなされ、役割もますます大きくなっている。現在の主な業務は次の様なものである。

1.1 製品性能の提示

分析センターは当社の製品の購入を検討中のお客様に対し、分析機器の操作性、再現性、感度を確認していただいているが、現在では、15年前と比べ科学技術および社会状況が大きく変化しており、製品性能を示すデータの提供とともに、迅速な対応をモットーとしている。

1.2 標準試料で信頼性の提供

お客様に新しい原理の分析機器を紹介するときには、裏付けデータ、つまり日本工業規格(JIS)や米国基準局(NIST)など、信頼性の高い試験研究機関で認められた標準試料による測定結果や、分析値がまだ確定されていない場合には、関係

する各種分析所での共通分析結果(ラウンドロビン)の提示が必要となる。そこで我々は、例えば、(社)日本鉄鋼協会や(社)日本ファインセラミックス協会などが主催する標準物質分析ワーキンググループ活動に参加し、同一物質を同一方法で分析を行った際に生じる差異の原因検討など、個々の分析機器メーカーを越えた分析手法の標準化に努めている。今後もあらたな試料に対して新しいニーズが生じることと思う。機器分析装置の黎明期と異なり、一般に普及してきた現在では、より一層メーカーとユーザー、関連研究機関及び団体と協力してこれらの課題に対応しなければならない時代になっている。

1.3 お客様への各種分析方法の提案

分析センターに持ち込まれた試料は、まず目的物質を抽出したり、形状や濃度による測定法の検討、さらに最適な前処理の検討を行う。この準備がしっかりできていれば分析結果は信頼されたものとなる。各種の試料に対し、また分析目的に応じて最適の前処理や測定法を選択し、信頼性の高い分析法を顧客に紹介していくことが分析センターの役割と考えている。

1.4 新しい分析方法の開発および研究

既存の分析装置や分析方法では求める感度や精度が得れないとき、さらには、迅速な分析や分析の自動化が必要などときには新たな分析手法・装置が必要になる。当分析センターでは、高感度化や、測定者の個人差を排除するために、新規技術の研究や装置開発の提案を積極的に行っている。以下に最近の研究成果の幾つかを紹介する。

(1) ピンポイント濃縮技術¹⁾

液体中の有機物の赤外線吸収法(FTIR)による微量高感度測定は、液体の吸収が大きいために困難である。本法は、フッ素樹脂の撥水性を利用して、 μl レベルの微量液体試料の濃縮方法である。警察の科学捜査などに有効な手段として利用されている。1 μl 程度の液体試料をステンレス板上に滴下すると、約5mm程度に広がる。一方、フッ素樹脂の上に滴下した場合は、液体が蒸発し最終的に30 μm 程度に濃縮される(図1)。図2は各種溶媒を用いたときの試料の直径の経時変化を示す。

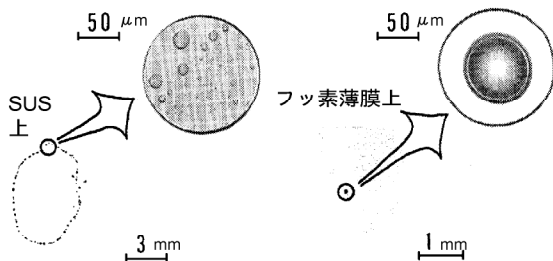


図1 ピンポイント濃縮法による試料の集中凝集効果
Condensation of sample in solvent

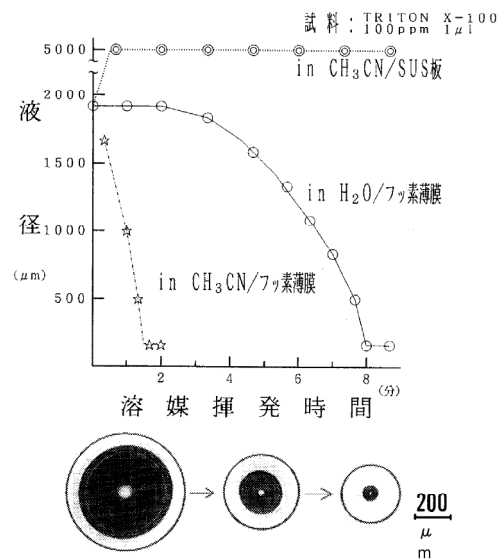


図2 各種溶媒を用いた時の試料直径の経時変化
Diameter of sample concentrated vs. Time from start of evaporation

(2) 金属フィルタを利用した液体中異物迅速測定法²⁾

薬品の製造現場では、液体中の微小異物の実用的な検査方法の開発が望まれていた。我々は金属フィルタを用いて液体中の異物を採取する方法を考案した。本法により、フィルタ上の異物の形状観察が簡単な上に、そのまま顕微/FTIRによる反射測定ができるため、迅速高感度な組成分析が可能となった。一方、有機メンブランフィルタでは、反射率が低く良好な吸収スペクトルが得られない。図3(A)(B)に二種類のフィルタでの測定結果を示す。

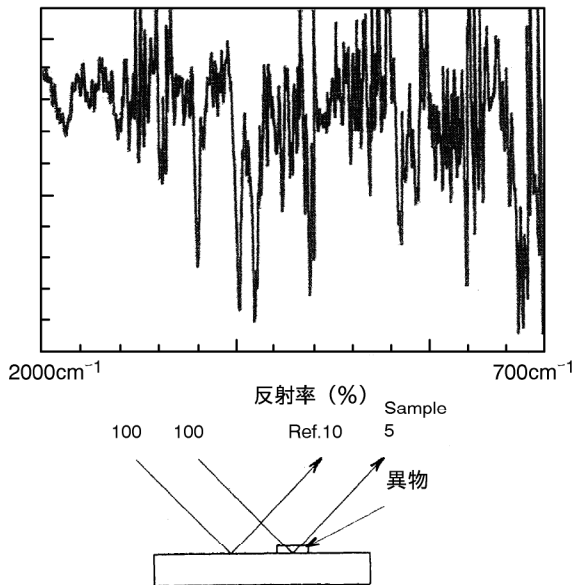


図3 (A) サンプルフィルタ上の異物の赤外線吸収スペクトル
有機フィルタ
IR spectrum of the sample trapped on an organic filter

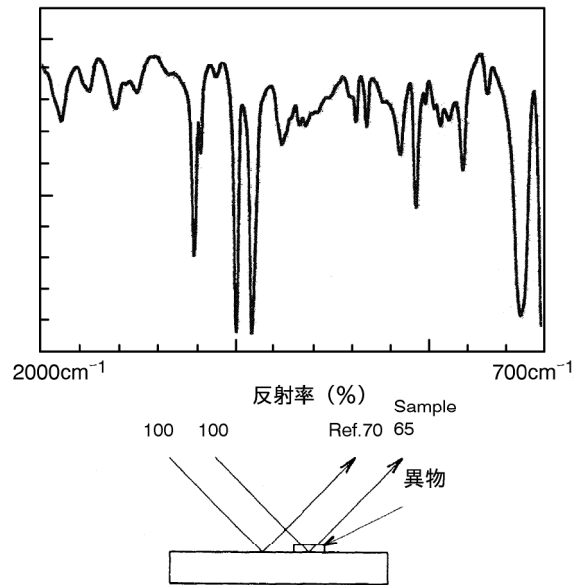


図3 (B) サンプルフィルタ上の異物の赤外線吸収スペクトル
金属フィルタ
IR spectrum of the sample trapped on a metallic filter

(3) 自動カプセル成形³⁾

高精度分析の研究例としては、固体中ガス成分分析のための新しい前処理方法の考案がある。粉末状固体試料中のガス成分を燃焼-赤外線吸収法で分析するためには、従来、30mg程度の試料を直径5mm×長さ10mm程度のニッケル製カプセル(図4(A))に入れ、小さく押しつぶす(図4(B))必要があった。この封止作業はベテラン分析作業者が逐次手で行っており、作業効率が悪い上に測定結果のバラツキも大きかった。そこで、特殊カプセルを作り、自動カプセル成形機で封入する技術を開発した(図5)。これにはかなりのノウハウを要したが、分析結果は測定者の個人差がなくなり、分析精度の向上につながった(表1)。

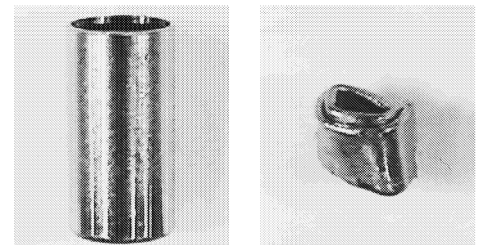


図4 (A) ニッケルカプセル
Nickel capsule
図4 (B) サンプル封入後
Capsulate sample
(hand work)

(4) 不均一試料の相分析⁴⁾

電子線マイクロアナリシス(WDX/EDX)による微小部分の分析の定量精度の向上の研究も分析センターの活動の中から生まれたものである。一般にWDX/EDXではZAF補正法を使って定量分析を行う。これは元素が均一に分散している試料には信頼性が高いが、不均一な場合には適応が困難である。今回分析センターで考案した手法は、試料の中で組成が同じ部分(相)を抽出・分類し、次に各相の面積比率を求める方法である。さらに、密度を補正することにより、ハンダ中の鉛・錫(表2)や鉄鋼中炭素(表3)の分析に有効なことが確認できた。

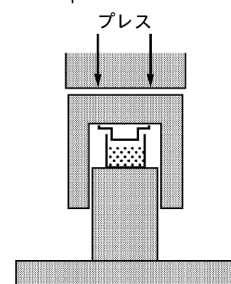


図5 自動カプセル成形器
A press to enclose sample in nickel capsule

1.5 受託分析への対応

当社の製品を諸般の事情ですぐには購入できないが、急いで問題を解決するために分析を依頼される場合がある。従来、当社では分析機器メーカーとしてこの種の依頼に対しても無償で分析をサービスしていた。しかし近年は、製品をより

	手 動		プレス機 2.0t
	熟練者	未熟練者	
CV% 酸素 窒素	0.58 0.26	1.05 0.49	0.43 0.28
時間/秒	30	140	15

表1 プレス機と手作業の精度比較
Handwork vs. automatic press

[wt%]

	元素	化学分析値	面積比から算出	密度を考慮して算出(本考案)	ZAF演算
1	Sn	62.3	68.4	62.9	69.0
	Pb	37.6	31.6	37.1	31.0
2	Sn	12.3	16.1	13.2	23.8
	Pb	87.6	83.9	86.8	76.2
3	Sn	62.0	68.4	63.6	68.1
	Pb	36.3	29.8	34.5	30.7
	Ag	2.0	1.8	1.9	1.2

表2 ハンダの成分測定結果
Lead and tin content of solder

[wt%]

化学分析値	面積比から算出	密度を考慮して算出(本考案)	ZAF演算
3.64	9.0	4.8	23.3

表3 鉄鋼中炭素濃度測定結果
Carbon content in steel sample

安い価格で提供するというメーカーの責務を果たすため、受託分析の方向で検討をお願いしている。なお、現在は当社の製品を中心に受託しているが、必要に応じ、専門の分析機関を紹介するなど、積極的にサービスを行っている。

2. 分析の信頼性向上のための機器管理とデータ管理

分析結果の信頼性は測定方法の選択と装置のメンテナンスに左右されるといっても過言ではない。未知の試料の分析は、まず再現性や繰り返し精度が、次に正確さの裏付けが必要となる。分析者が装置を熟知したうえで適切な分析方法を選び、さらに、長期にわたり初期性能を維持するために装置を確実に保守することによって初めて高い信頼性が達成できる。このためには、標準物質による初期性能の確認と維持が非常に重要である。従って標準物質の管理、取り扱いも重要な分析業務の一つに属する。

「機器分析の基になる分析化学は天秤に源がある」と言われている。天秤のメンテナンスを業者任せ、装置のメンテナンスも他人任せでは、得られる分析結果の信頼性がどこまであるか、はなはだ疑問である。装置の性能に影響を及ぼす因子は何であるか、またサンプルのマトリックスは何であるかを知り、測定する事がさらに信頼性向上にむすびつくものである。

3. 分析データの管理とニューメディアの活用

現在、年間約3000件のサンプルを分析しているが、試料の具体的な特性などお客様の企業秘密などにかかわる詳細はお聞きすることができないことが少なくない。このような時には、分析条件を系統的に検討し測定するが、結果の確かさを確認することは難しい。このような場合でも、標準物質を含む数多くの試料や分析手法による結果を比較・整理すると、測定結果の信頼性が高くなる。

このたび当分析センターでは、各種の試料の中から共通あるいは類似する試料に関し、フーリエ変換赤外線分光光度計(FTシリーズ)、固体中ガス分析装置(EMGA/EMIAシリーズ)、X線マイクロアナライザー(EMAXシリーズ)の測定結果を技術資料としてまとめた。これが分析技術や信頼性の向上や伝承のために役立つものと考えている。

従来、特定の試料の分析条件などを紹介した種々の技術資料を作成しそれをご提供する、いわば、紙爆弾を使って製品や分析技術の有効性をご理解いただってきた。高度情報化が加速する今日、持続可能な社会を目指すため、当分析センターはニューメディアをフルに活用し、お客様が、必要に応じ迅速に広範囲な情報をアクセスできるシステムが必要と考えている。

4. 持続可能社会形成へ向けて

通産省は、「持続可能社会には良い規制は必須で、ISO 9000/14000の国際的な展開が行われているのは規制を優先する国際社会の形成を示唆している」との見解である⁵⁾。化学物質の安全性、毒性物質による環境汚染の計測はもとより、環境負荷、エネルギー負荷、さらに労働負荷をいかに減少させるかは重要な課題であり、分析機器メーカーだけでなく、分析化学に携わる科学者・技術者全体の役割である。その中で分析機器メーカーの分析センターは、わかり易い化学技術や簡単な分析テクニックで大きな付加価値を生み出す装置の開発を提案し、持続可能社会の実現に大きな役割を果たすものと考えている。

参考文献

- 1) M.IKEDA and H.UCHIHARA, "Liquid Sample Condensation Technique Using Perfluorinated Polymer Film for Picogram Analysis by FTIR" Appl. Spectrosc. Vol.46,No.9, p.1431-1434(1992).
- 2) 内原 博, 池田昌彦, "顕微/FTIRによる液体中の微小異物検査法" 分析化学会第42年会講演要旨集, 広島大学(1993), p.532.
- 3) 内原 博, 池田昌彦, "酸素・窒素分析計における高精度化のための検討", 分析化学会第45年会 講演要旨集, 東北大学(1996), p.146.
- 4) 池田昌彦, 森田洋二, 村瀬 潤, 吉光克弘, "多変量解析を応用したEDXによる不均一試料の定量方法" 1996年機器分析東京討論会 講演要旨集, 東京理科大(1996), p.139-140.
- 5) 小野修一郎, "21世紀に未来持続可能社会を目指す" 日本産業技術振興会, 平成8年物質工学工業技術研究所研究発表会資料, 物質工学工業技術研究所, p.1-3 (1996).



池田 昌彦

Masahiko IKEDA, Dr. Sci

分析センター 部長

1985年入社

各種分析応用技術の研究開発

理学博士

ユーザーフレンドリーなマニュアル作り

A Computer-aided System to Compile User-Friendly Manuals

沢本 昌順
Masayori SAWAMOTO

【要旨】

ドキュメントセンターは、1994年11月堀場製作所にマニュアル制作専門部署として開設されて以来、取扱説明書、サービスマニュアル、修理部品価格表、および販売資料の作成を手掛けてきた。本稿では、当センターのドキュメント制作環境とともに、ユーザーフレンドリーなマニュアル作りへの取り組みについて紹介する。

Abstract

Documentation of the product and technical information plays an important role as a bridge between manufacturer and user. In 1994, HORIBA gathered technical and editorial staff in the new Document Center to improve the compilation of data and the company's documentation service. The Document Center produces the operating manuals, service manuals, repair/expandable parts lists, and various technical texts for sales representatives. This report briefly describes the functional schematics and the work flow of this center, which aims at assuring customer satisfaction.

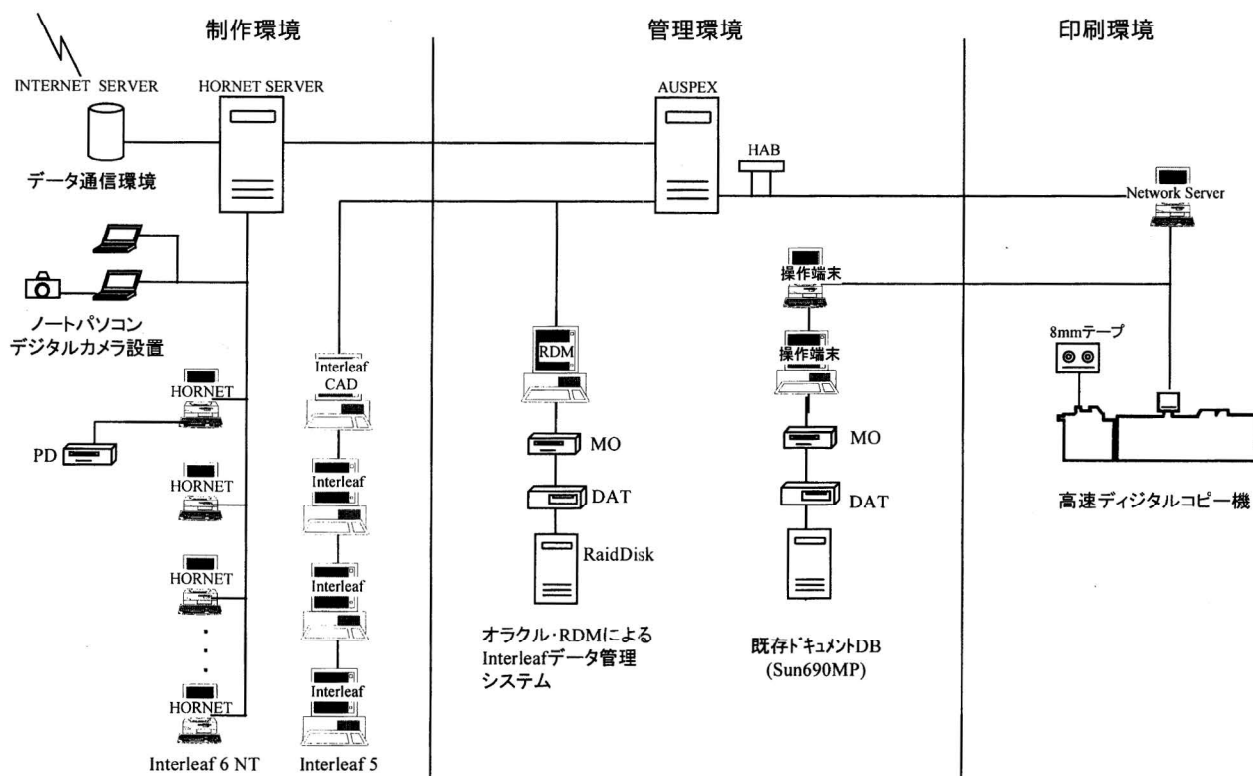
1. はじめに

ドキュメントセンターでは、マニュアルをお客様と当社製品とのインターフェースとして位置付けている。そして、この役割を果たすマニュアルを制作するために、制作環境および制作技術の向上に取り組んでいる。

2. ドキュメントセンターの制作環境

制作ツールとしてはドキュメントセンター開設当初より電子出版用ソフトInterleaf*1を使用し、SGML*2準拠のドキュメントデータベース構築を進めている。これは、将来の情報管理システムCALIS*3導入への対応を想定したものである。

Interleafによる新規制作比率は1994年11月に開始して、いらい97年3月には80%と順調に推移している。



ドキュメントセンター システム構成
Functional arrangement of hardwares

一方、出力環境としては、96年2月には簡易自動製本機能付きの高速デジタルコピー機を導入し、Interleafで制作したマニュアルデータを社内ネットワーク経由でコピー機へ送信し、ダイレクト製本が可能となった。また、付属の高速スキャナを活用することによって、既存マニュアルの電子データベース化を進めており、要求に応じて直ちに印刷するオン・デマンド対応も可能とした。

96年10月には、デジタルコピー機にUNIXサーバーを接続し、約70,000ページ分の電子データを管理できる環境が整った。これにより、既存製品の紙による情報を電子データとして再構築し、資産の有効利用を進めている。

3. 分析機器を最大限に活用できるマニュアルとは

分析機器のユーザー層は家電製品やOA機器のように一般消費者ではなく、大学や工場の研究者・技術者であることが多い。従って、分析機器のマニュアルは、一般消費者向けのものよりも、専門性の高い、高度な技術内容への要求度が高い。必然的にマニュアル制作者にも製

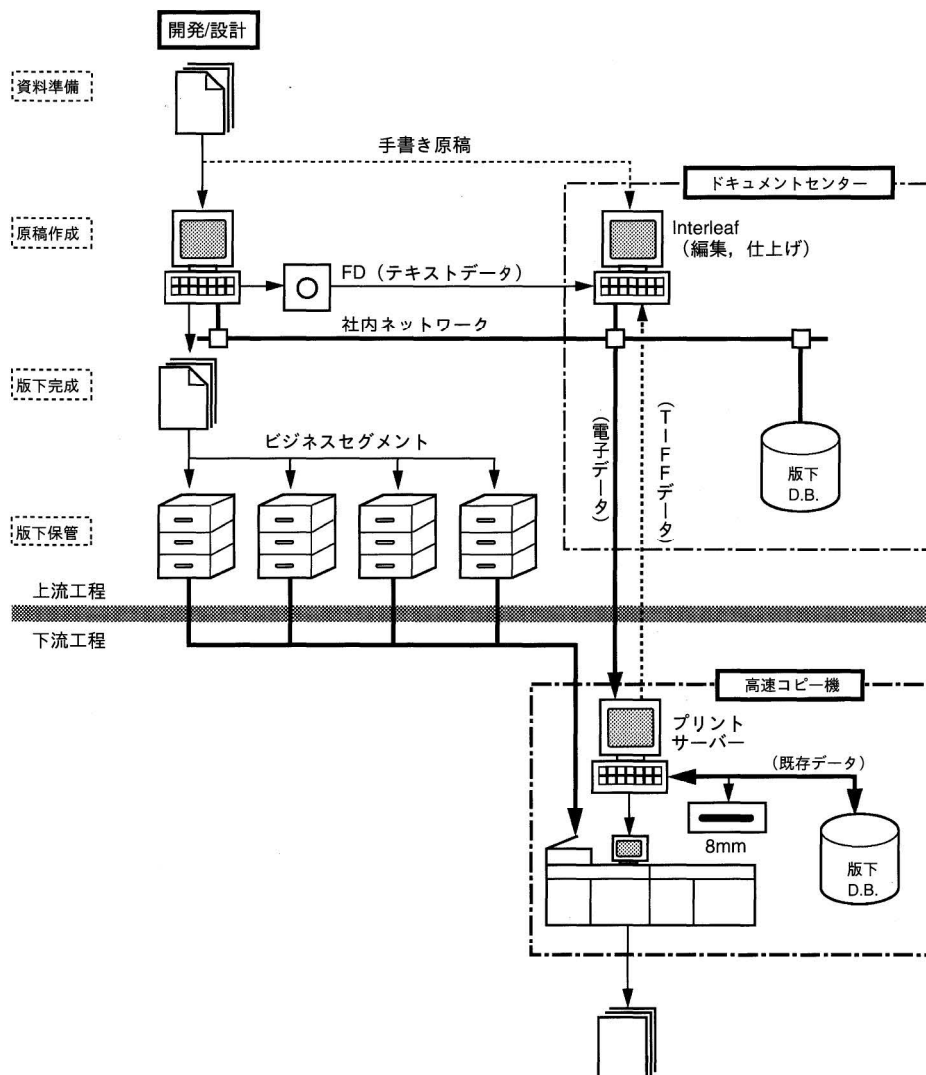
品技術はもちろん、幅広い専門知識が要求されることとなる。ドキュメントセンターでは、マニュアル制作者が、担当予定の新製品のデザインレビューに参画して、製品情報の早期収集とともに、関連する知識の向上に努めている。

さらに、近年製造物責任やヨーロッパ指令(CE Mark)など各種の規制・基準への対応が必要となり、当社においても社内技術基準の見直しが行われている。ドキュメントに関連しては、マニュアル作成のガイドラインの見直しを含め、継続的に対応している。

4. CS指向のマニュアル制作

製品とユーザーとのインターフェースとなるマニュアルは、お客様に満足いただくために重要な役割をになっているといえる。

近年の分析機器は、パーソナルコンピュータとの組み合わせなどによって多機能化が進み、幅広くユーザーニーズに対応できる反面、操作が複雑になりがちである。



マニュアル制作の流れ
Flow chart for compiling of manuals

このため、マニュアルによる説明が不十分な場合には、期待に反して使いにくいという評価が下され、お客様の満足度合い(CS)は低くなる。すなわち、《事前の期待－現実の達成度＝CS》という公式が成り立つ¹⁾。

マニュアルにおいては、使い方の正確でわかり易い説明が顧客満足のカギになる。既に製品によっては、据え付け、調整、操作、保守などの目的別マニュアルを作成しているが、さらに、入門編、中～上級編といった段階別の分冊方式を採用することも必要と考えている。

他方、マニュアルを取り巻く状況として、ユーザーはマニュアルを読まない、という事実がある。マニュアル関連シンポジウムで関西の大手家電メーカーより報告された例では、ユーザーからの相談の九割が取扱説明書に記載されていることであり、さらに修理依頼の六割が取扱説明書にかかっていることを守らないために発生した故障であるといわれている²⁾。私は、マニュアルがあまり読まれないのは、マニュアル制作担当者が製品の使用状況を十分には把握していないことも一因ではないかと考えている。そこで、ドキュメントセンターでは、クレームを待つのではなく、マニュアル担当者が積極的にユーザーへ出向き、お客様の声を直接うかがい、マニュアル利用状況を分析して今後の改善につなげる試みを行っている。

5. おわりに

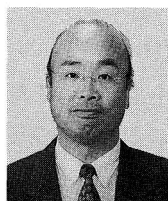
当社創業50周年を越え、製品の品種や販売地域がグローバル化する中、ドキュメント情報の共有化を達成するため、SGMLに準じたドキュメントデータベースの構築による標準化を推進中である。

一方、1997年には、SGMLに必要となる文書記述のルール(DTD^{*4)}が業界団体や企業間で横断的に利用可能になる予定である¹⁾。DTDを利用することによって、ドキュメント情報をデータベースから多岐にわたるユーザーへ提供することが可能となる。また、社内ネットワークから検索、出力を指示して、必要な時に、必要な場所で、必要な人が、必要なマニュアルを、必要な部数だけ入手できる環境を構築することが可能となる。

ドキュメントセンターでは、インターネット、CD-ROMなどの電子メディアと、見やすさ、情報の一覧性にすぐれた紙メディアとを使い分けながら、マニュアル制作を通じて社会に貢献できれば幸いと考えている。

参考文献

- 1) 佐藤智泰著「顧客満足ってなあに？」日本経済新聞社(1992)。
- 2) テクニカルコミュニケーションシンポジウム 96記録集テクニカルコミュニケーター協会。



沢本 昌順

Masayori SAWAMOTO

販売企画部 係長
1975年入社
ドキュメントの作成管理

<脚注>

- *1 InterLeaf
米国Interleaf社が開発した電子出版用ソフト。
- *2 SGML
Standard Generalized Markup Language : 標準一般化マークアップ言語。コンピューターの種類やユーザーのアプリケーションを問わずに情報・データの電子化と情報交換を容易にする標準規格(ISO 8879)。
- *3 CALS
Commerce At Light Speed : 米国防総省が開発した技術情報管理システム。最近、民間企業における開発から設計・調達までを一貫管理する情報管理システムとして注目されている。
- *4 DTD
Document Type Definition : 文書構造定義。文書の理論構造を示す記述ルールで、人間とコンピュータの両方で利用する。



業界用語・会社用語

技術論文が主体のReadout誌に相応しいかどうか、いささかのためらいのまま新入社員の頃の可愛らしい悩み、戸惑いでもあった現場の慣用語・俗語について当時を思い出しながら書いてみました。

入社して最初に遭遇した業界用語は、「リ्यूベ」でした。「ロクリューベのチツソガス」でした。言うまでもなく、6立方メートル入りの窒素ガスのことで、ヘーベと同様、立方メートルを立米と略すことからできた業界用語です。これを始めて聞いた日の夕方、本屋へ立ち寄り各種の用語辞典・国語辞典はもちろん、英語・ドイツ語・フランス語の辞書に至るまで、大真面目で必死になって調べてみましたが判らず、翌朝、先輩に恐る恐る尋ね、立方メートルと知った時は本当にたまげてしまいました。

私の住んでいる小さな町の図書館でも、「用語」をキーワードにして収蔵本を検索すると300冊もでてきます。

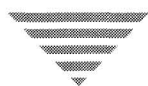
大きな書店では各種の業界の用語集が並んでおり、「誰も教えてくれない会社用語」という本まであります。

業界用語・会社用語のほか流行語・俗語・隠語・外国語の略語などなど、企業が異業種を複合化し経営拡大していく過程では、異なった分野の業界用語や会社用語と無縁ではられません。また、時代に応じて流行し、衰退して行きます。業種を越えて常識になったものもあれば、反対に、工具や工程の変化にともない死語となっているものも多数あります。

以下に主にホリバの開発・設計や生産の現場でよく使われる業界用語・会社用語の一部を拾いだしました。なお、いささか不謹慎な隠語や、基本的には使ってはならないネガティブなものは省いています。

(堀場製作所OB 元 朽木研修センター 市岡達郎)

用語	語源	内容
アソビ	遊び	機構部分に余裕を持たせてスムーズに動かす
イモハンダ	芋半田	接合不十分な半田付け、素人の半田付け
ウエス	Waste cloth	ボロ布、設備機器の保守に便利に使う
オシャカ	お釈迦	使用不能になった失敗作、コストアップの元凶
オリンピック	Olympic	同時試験による他社製品との競争
ゲンセツ	現地説明	製品設置現場での説明会
コウカン	工程完了	製造工程の完了、設完・材完などとともに納期管理上の重要項目
コンタミ	contamination	不純物による汚染、精密分析の際に最も嫌われる
サクバン	作業番号	営業部門の注番と同様管理上の基本コードNo
サチル	saturate	飽和状態、過飽和など限界を越えた状態
サラグリ	皿割り	皿状にえぐった穴、皿状頭の小ねじ(皿ネ)と対で使われる
スペック	specification	製品仕様、とくに性能に直結する製品仕様
ソックス	SO _x	SO ₂ 、SO ₃ 等硫黄酸化物の総称、類語にノックス(NO _x)がある
ツモ	見積り	縮み指向の表現
テドウ	手動	手動操作、あえてテドウと発音する技術屋のこだわり
トリアイ	取り合い	作業の引き受け範囲、今様の表現ではインターフェース
ニゲ	逃げ	小さな隙間、予想外の事態に対応できる便利な手段
ネグル	neglect	大勢に影響しない範囲で無視する
バカアナ	馬鹿穴	あらかじめ余分にあけた穴、加工精度の軽減化をはかる
ビビリ	びびる	小さく振動すること、恐がって加工すると乱れた仕上りになる
マンガ	漫画	走り書きの下図、設計者と加工者との現場での打合せによく使う



イオン測定用シート型複合電極

【登録番号】 特許第1945616号

【発明者】 冨田勝彦

【分野・目的】

本発明は、例えば、ナトリウムイオン、カリウムイオン、硝酸イオン、塩素イオン等のイオン濃度を測定するのに用いられるイオン濃度測定用複合電極に関し、特にシート型のイオン濃度測定用複合電極に関する。

本件でいうイオン電極は、試料と電極内部の内部液の被測定イオンの濃度差によってイオン選択性応答膜に発生する電位を測定しているが、支持層と応答膜との間のシールが完全でないと正確な測定ができない。

本発明は電極の他の部分のシールも含め、特に支持層と応答膜との間のシールを完全にすることを目的とする。

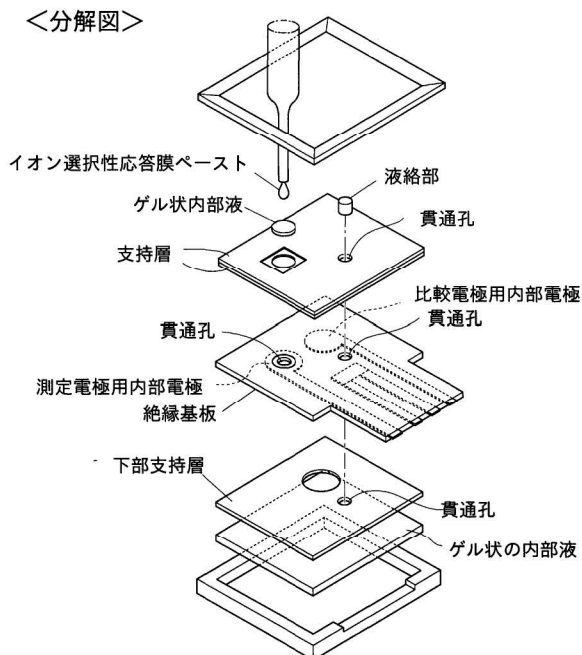
【概要】

ゲル状の内部液と、電気絶縁性を有する材料からなる支持層、基板、下部支持層と、これらを貫通する孔に設けられ基板の裏面に形成された比較電極用内部電極を、内部液を介して試料液と接続するゲル含浸親水性高分子多孔体からなる液絡部と、基板の裏面に形成された測定電極用内部電極と、貫通孔を介して接続されるゲル状内部液と、その上部に形成されるイオン選択性応答膜を有し、このイオン選択性応答膜は、支持層と溶解し合う溶媒を含むイオン選択性応答膜ペーストをゲル状内部液の上方から滴下することにより形成する。

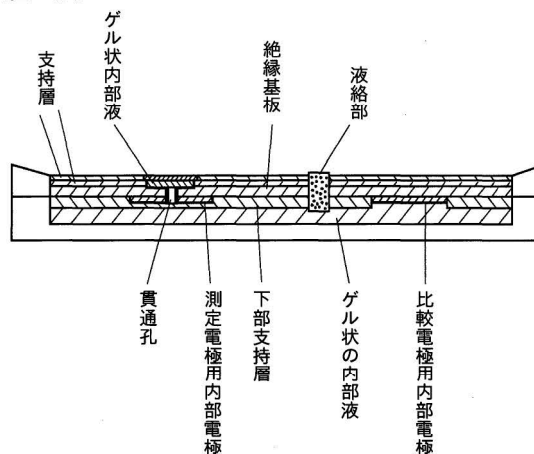
【効果】

通常行われる応答膜と支持層とを接着剤で接着する方法では、シールを完全に保持することは難しかった。本発明では、十分に高い電気絶縁性を有する材料からなる支持層に設けられたゲル内部液の上方から、支持層と互いに溶解し合う溶媒を含むイオン選択性応答膜ペーストを滴下して、応答膜を形成しているため、応答膜を完全なシール性を持って短時間で形成できる。

<分解図>



<組立図>



社外技術発表リスト

▶ 口頭発表

1996年7月～1996年12月

標 題	氏 名	発 表 機 関 (場 所)	時 期
Automotive Emission Analysis using FTIR	M.ADACHI	"Engine Emissions Measurement" (Leeds Univ. U.K.)	1996年7月1-4日
微小異物の成分分析最前線	横山 政昭	第18回北海道科学機器展 (アクセスサッポロ)	1996年7月4日
レーザー回折/散乱式粒度分布測定装置による乾式測定 の紹介	大石 誠	ファイラー研究会 (味の素中央研究所)	1996年7月5日
水素分析	大石 誠	平成8年度京都市中小企業技術者研修 「機器分析講習会」 (京都市工業試験所)	1996年7月9日
エンジン排気ガスの分析	井上 香	自動車技術会関西支部1996年度 第1回講習会 (堀場製作所 本社)	1996年7月19日
EDXの原理と応用	村瀬 潤	全国高校長会講習会 (森の里テクノプラザ)	1996年7月24日
FTIRによる新しい赤外分析の世界	佐竹 司	'96分析機器展 新技術説明会 (日本コンベンションセンター)	1996年9月3日
X線分析顕微鏡による材料等の分析例について	細川 好則	日本機械学会関西支部「材料の寿命」懇話会 (関西電力総合研究所)	1996年9月3日
超軽元素の定量・低真空SEM分析の問題点	村瀬 潤	SCAN TECH'96 (帝京大学)	1996年9月7日
水素分析	大石 誠	品質管理技術講習会 (京都市中小企業総合センター)	1996年9月11日
保冷トラック用運行管理システム	中西 保之	トラック運送管理システム研究セミナー (アルカディア市ヶ谷)	1996年9月13日
移動体位置管理システムの現状と展望	石倉 理有	データ通信研究会 第8回研究会 (長銀ホール)	1996年9月13日
酸素・窒素分析計における高精度化の為の検討	内原 博 田中 悟 池田 昌彦	日本分析化学会第45年会 (東北大学)	1996年9月19-21日
水中の全窒素、全リン定量における試料のペルオキソニ 硫酸塩・紫外線照射分解	1) 井上 正樹 1) 並木 博 1) 長島 珍男 1) 釜谷 美則 1) 寺町 信哉 1) 平田 秀一	日本分析化学会第45年会 (東北大学)	1996年9月19-21日
赤外分光装置	池田 昌彦 内原 博	色材協会第12回入門講座 (化学会館)	1996年10月23日
FTIRによる新しい赤外分析の世界	佐竹 司	'96全日本科学機器展 新技術講演会 (幕張メッセ)	1996年10月24日
EDXの原理と応用	村瀬 潤	日本材料科学会 (森の里テクノプラザ)	1996年11月8日
新型レーザー回折/散乱式粒度分布測定装置	東川 喜昭	'96国際粉体工業展 製品技術説明会 (日本コンベンションセンター)	1996年11月13日
赤外吸収検出法による排水中に含まれる油分のフローイ ンジェクション分析法	2) 早川 邦仁 2) 米田 康弘 2) 国本 泰明 2) 熊丸 尚宏 池田 昌彦	1996機器分析東京討論会 (東京理科大学)	1996年11月14-15日
多変量解析を応用したEDXによる不均一試料の定量方法	池田 昌彦 森田 洋二 村瀬 潤 吉光 克弘	1996機器分析東京討論会 (東京理科大学)	1996年11月14-15日
電解-ICP法による鉄鋼の迅速分析	植村 健 南 孝明 3) 小野 昭紘 3) 近藤 裕之	1996機器分析東京討論会 (東京理科大学)	1996年11月14-15日
紫外線酸化分析法を用いた全リン・全窒素分析法	平田 秀一 山田 壽紀 福嶋 良助 1) 井上 正樹 1) 長島 珍男 1) 並木 博	1996機器分析東京討論会 (東京理科大学)	1996年11月14-15日
酸素、窒素分析計における高精度分析	田中 悟 内原 博	セラミックスの分析講座 (I) (東京工業大学百周年記念館)	1996年11月20日
X線分析顕微鏡による材料分析	吉光 克弘	材料の評価技術 材料加工学課程 (福島県ハイテクプラザ)	1996年11月27日

社外技術発表リスト

標 題	氏 名	発表機関 (場所)	時 期
セラミックス微量成分濃度とその分布	石川 純代 森田 洋二 吉光 克弘 池田 昌彦	セラミックス協会ヤングセラミストミーティング in中四国 (テクノサポート岡山)	1996年11月29日
300mm Si Water Flatness Tester Using Interferometer	永井 良典	セミコンジャパン'96 (幕張メッセ)	1996年12月5日

注 1) 工学院大学 2) 広島大学 3) 新日本製鐵先端技術研究所

▶ 文書発表

1996年7月～1996年12月

標 題	氏 名	発表書誌名	
Investigation of Coexistence of Weakly Relaxed Neutral Deep Donor(D ⁰) and DX-States in Al _x Ga _{1-x} As:Se Using ICTS under Pressure	1) K.TAKARABE 1) Y.HIRANO 1) S.MINOMURA K.MATSUDA 2) H.OHNISHI 2) K.FUJITA 2) T.WATANABE	Phys. Stat. Sol.(b)	198,187-192,1996
試料電解を用いた誘導結合プラズマ発光分析方法による鋼の迅速分析	3) 近藤 裕之 3) 小野 明紘 植村 健 南 孝明	分析化学	45,8,777-782,1996
管状炉燃焼-赤外線吸収法による微量炭素定量のための空気巻き込み防止用窒素パージチャンバーの作製	4) 高田九二男 4) 芦野 哲也 4) 我妻 和明 平野 彰弘	材料とプロセス	9,4,CAMP-ISIJ(150),1996
Estimations of Average Particle Size and Size Distribution of Commercially Available Human-Insulin Aqueous Suspensions Using Laser-Light Diffraction Spectroscopy	5) H.KOMATSU 5) A.KITAJIMA Y.NAKATA 5) S.OKADA	Chemical & Pharmaceutical Bulletin	44,10,1966-1969,1996

注 1) 岡山理科大学 2) ATR光電波通信研究所 3) 新日本製鐵先端技術研究所 4) 東北大学 5) 国立衛生試験所大阪支所

Readout 編集委員会

委員長：石田 耕三

副委員長：青海 隆

事務局：伊藤 省二

●お問い合わせ先

株式会社 堀場製作所 知的所有権部

電話 (075)313-8121 Fax (075)321-5648

Readout

HORIBA Technical Reports

No.14

1997年3月10日発行

編集・発行人 石田 耕三

発行所 株式会社 堀場製作所

〒601 京都市南区吉祥院宮の東町2番地

電話 (075)313-8121

印刷・製本 阿部写真印刷株式会社

〒550 大阪市西区靱本町1-18-8 電話 (06)446-5177

本誌に掲載の商品の名称は、各社が商標としている場合があります。

©株式会社堀場製作所 1997 無断転載を禁じます。

HORIBA