

Readout

HORIBA Technical Reports

特集 半導体をはかる

January 1991 ■ No.2

炭素・硫黄分析装置の 自動化ニーズに向けて

Toward Greater Automation in Carbon/Sulfur
Analyzer

辻 勝也・平野彰弘

Katsuya TSUJI, Akihiro HIRANO

(Pages 73-84)

株式会社 堀場製作所

炭素・硫黄分析装置の自動化ニーズに向けて Toward Greater Automation in Carbon/Sulfur Analyzer

辻 勝也・平野 彰弘
Katsuya Tsuji, Akihiro Hirano

要 旨

近年、材料特性に対する要求ニーズが拡大するにつれ、それを支える分析・解析技術の進歩も著しいものがある。

従来から、高感度・高精度・迅速化を目指して発展してきた鉄鋼分析分野においても同様である。とくに、この分野では、コストを意識した国際的な競争力の向上のためにも、省力化・合理化の必要性が強く求められている。このことは、分析装置に対する自動化・無人化の要望として現れている。以下では、鉄鋼・セラミックスなどの材料特性評価の基本成分として重要な炭素・硫黄分析に関する自動化・無人化分析の動向、並びに装置についての現状を述べる。

Abstract

Accompanying the increased demands in recent years concerning the material properties, we have seen tremendous progress in the analytical and measurement technology necessary to this field.

We are witnessing a similar development in steel analysis, with striking advances in the basic requirements of the field : speed, precision, and sensitivity. With steel, as cost becomes an ever greater factor in international competitiveness, what is needed are energy-efficient, streamlined production systems. This has placed more stringent demands on analytical equipment for even greater automated and un-manned capabilities. This paper discusses the state of the art of both the strategies and the technology used in the automated, un-manned analysis of carbon and sulfur, elements that are crucial in the evaluation of material properties in such important fields as steel and ceramics.

1. はじめに

近年、工業技術の進歩は著しく、鉄鋼を初めとする材料への要求特性が、ますます複雑、高度化している。このようなニーズへの対応策の1つとして、鉄鋼分野では、素材の不純物元素濃度を極低減化し、特性の制御・改善に対応する方法が、以前から実施されている。このような不純物元素極低濃度の鋼材を清浄鋼あるいは、高純度鋼と呼び、鉄鋼業界の国際的な競争力維持のために有効なツールとなっている。このような鋼材は、今後とも生産量が増大すると考えられるが、一層の技術的改良、並びにコストの低減化が必要とされている。

一方、材料特性の把握・品質管理の面からは迅速・高精度な分析方法がより一層要求されている。とくに炭素・硫黄量の管理は鉄鋼分野では材料の基本的特性上極めて重要であると認識され、今日に至るまで工程管理・品質管理上の必須分析元素となっている。また、炭素・硫黄含有量は高純度鋼の極低濃度レベルからその他の鋼種の比較的高濃度レベルまで幅広い分布をしている。

今日、世界的に見て鉄鋼中の炭素・硫黄分析法は、そのほとんどが燃焼-赤外線吸収法に依存している。国内においても、鉄鋼以外に金属材料一般・セラミックス材料・その他の新素材などの炭素・硫黄分析にも本方式が広く用いられている。最近の主流は、燃焼方式に高周波誘導加熱かあるいは管状電気抵抗加熱を用いるかのいずれかである。前者は、鉄鋼分野を中心として広く普及し、後者は非鉄・新素材・セラミックス等の分野へも普及しつつある。

このような炭素・硫黄分析法に対して、近年急速に自動化・無人化の要望が高まっている。分析検体の増加・熟練分析技術者の減少などとあいまって、人件費削減・合理化の大きな流れがこのような要望となっていると考えられる。

以下では、自動化・無人化装置の基本型となっており、現在まで広く普及している炭素・硫黄分析装置（型式名：EMIA-520）について、その基本原理を簡単に述べる。さらに、自動化・無人化展開として、当社で開発した2、3の装置について詳述する。

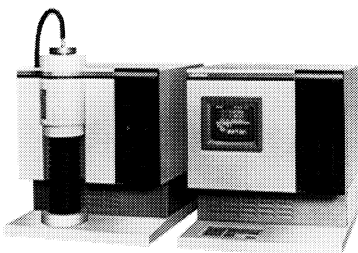


図1 炭素・硫黄分析装置外観 (EMIA-520)
External view of the Model EMIA-520 Carbon/Sulfur Analyzer

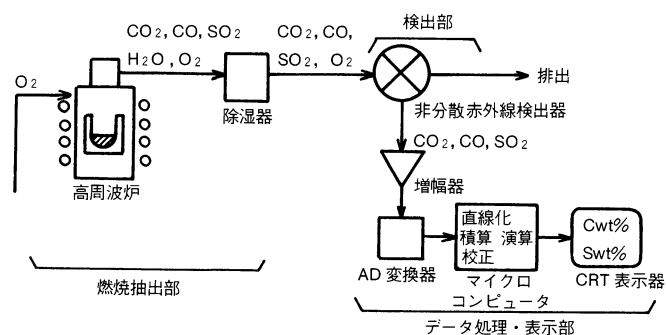


図2 燃焼-赤外線吸収法分析装置構成
Configuration of the combustion-NDIR method

2. 炭素・硫黄分析装置の概要

金属材料中の炭素・硫黄分析には、酸素気流中燃焼-赤外線吸収法が用いられている。装置は図2に示すように燃焼抽出部、検出部、データ処理・表示部から構成されている。燃焼抽出部には、取り扱いの簡便さ、迅速温度上昇・高温加熱・攪拌作用などから高周波誘導加熱炉を用いる。

この方式では、高周波誘導電流が磁製るつば内に保持した試料表面に誘起され、試料が加熱される。加熱にともない酸素気流中で燃焼反応を生じ、燃焼熱が発生する。この2つの作用により、試料は高温状態の融体となる。さらに燃焼促進のために、燃焼熱増大・粘性低減などの効果のある、助燃剤と呼ばれる金属をあらかじめ添加しておく事が一般的である。助燃剤としては、金属タングステン (W) ・スズ (Sn) ・銅 (Cu) ・鉄 (Fe) などが用いられる。

燃焼過程で、試料中に含まれる炭素・硫黄をガス化し、それぞれ二酸化炭素（一部、一酸化炭素も発生）・二酸化硫黄として抽出する。過剰に存在する酸素ガスにより、非分散型赤外線検出器へ搬送する。検出器出力を演算処理し、試料重量との比から炭素・硫黄の含有率を求める。

ここで、燃焼炉とともに重要な位置付けにある検出器には、クロスモジュレーション方式^{1)・2)}の非分散型赤外線検出器を用いる。クロスモジュレーション方式の主要な特長は、従来の光断続方式に比較して非常に高感度・長期間にわたるゼロ点の安定性・直線性が良好なことがあげられる。

3. 分析の自動化ニーズ動向

わが国の鉄鋼業は、世界の最先端技術を保有し、1973(昭和48)年には、粗鋼生産年産1億2千万tを記録し、ソ連・米国に続いて世界第3位の位置を占めるに至った。その後、石油危機による需要の低迷があり、生産コストの徹底削減、無人化操業、高付加価値製品の開発が指向された³⁾。分析の省力化・自動化による徹底的な合理化要求が、この当時から急速に高まった。図3に示すように現在に至ってもこの考え方は一層強くなり、鋼種の多様化、高級化指向とともに増大する分析処理量を分析人員を増加させずに対応する方法が積極的に採用されつつある⁴⁾。これには湿式化学分析の機器分析化・自動化が大きな効果を果たしている。

一方当社においても、約10年前からマイクロプロセッサを搭載し装置内の自動化を図ってきた。

現在、鉄鋼分析に広く普及している発光分光分析装置や蛍光X線分析装置についても試料自動調製、試料自動装着技術まで含んだシステム化へ進んでいる。同様の要望が、炭素・硫黄分析にも当然広がり、従来の試料・磁製るつば・助燃剤等の取り扱いに関するオペレータ作業部分の自動化が指向されている。

当社では、図4に示すような分析の自動化ニーズに応じて、図5のような分析システム内における分析装置の位置付けを検討した。

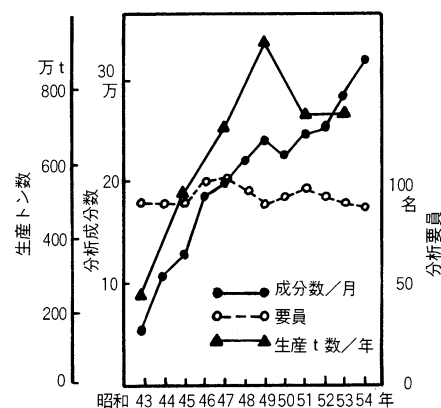


図3 分析成分数と分析要員推移の例³⁾
Example of transition in the number of components and operators in the analysis

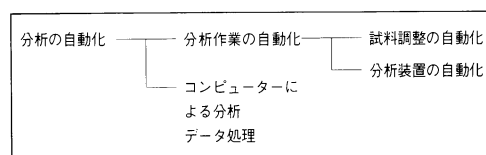


図4 分析の自動化
Automatization of analysis

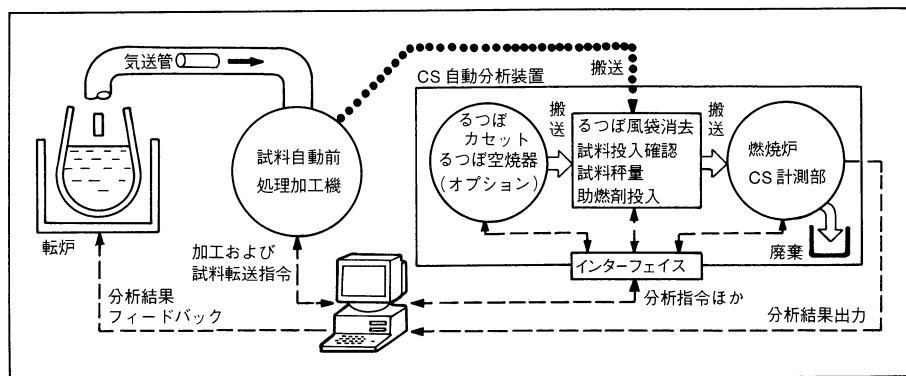


図5 自動分析システム例
Example of automatic analysis system

自動化ニーズも大きく表1の3種類に分類することが可能と考えられる。本稿で紹介する EMIA-520FA, EMIA-720, EMIA-730, の3シリーズは、これらの諸点をふまえて開発した自動機である。以下にこれらの要素技術をシステムと対比させて詳細に説明し、自動化装置のシステム・機能・動作・データを紹介する。

自動化レベル	要 望	分析規模	業 界
I	測定対象が多品種に渡り、測定条件の設定が個別に実施出来るもの。	研究室 少量の検体 分析室	鉄鋼 セラミックス 化学 非鉄金属
II	測定対象は、工程管理等で比較的少品種の多検体試料を連続的に分析実施。	分析室 (多量の検体) など	鉄鋼・非鉄金属
III	測定対象は、工程管理等で比較的少品種の多検体試料を連続的に分析実施であるが、試料前処理装置との接続まで考えた無人化・自動分析対応、24時間操業。	現場分析室など	鉄鋼・非鉄金属

表1 自動化要望の分類
Classification of requirements of automatization

4. 自動化要素技術

前述のニーズをふまえ、装置設計断面から要素技術・項目を分類したものを表2に示す。

これらの要素・項目のうち、おもな共通要素である助燃剤投入機構、るつぽ供給機構、自動クリーニング機構と、各装置における個別要素の試料供給機構について、以下に説明する。

自動化 レベル	機構 機能 機種	ハ ー ド							ソ フ ト		
		搬 送 システム	るつぽ 供給機構	※るつぽ 空焼機構	試料自動 秤量機構	助燃剤自動 投入機構	るつぽ 廃棄機構	自動クリー ニング機構	外部コント ロール機能	並列処理 機能	自己診断 機能
—	EMIA -520	—	—	—	—	—	—	—	—	—	○
I	EMIA -520FA	・ターンテーブル ・スライド機構 ・ロボットハンド	—	—	—	—	○	—	—	—	○
II	EMIA -720	・ターンテーブル ・ロボットハンド	○	△ (オプション)	○	○	○	○	—	○	○
III	EMIA -730	・スライド機構 ・ロボットハンド	○	△ (オプション)	○	○	○	○	○	○	○

※微量対応

表2 自動化要素技術項目
Technical factors in automatization

4.1 助燃剤投入機構

炭素・硫黄分析用助燃剤として、W, W + S_n, Cuなどが一般的に使用されている。助燃剤は前述のように重要であり、精度良く分析するには、一定量用いることが不可欠である。さらに、測定対象物が低濃度である場合に精度良く測定するためには、ブランク値が低い助燃剤を使用する必要がある。汚染源であるダスト・粉塵がこれら助燃剤に混入することを避けなければならない。

上記内容をふまえて、助燃剤投入機構を考案したものを図6に示す。

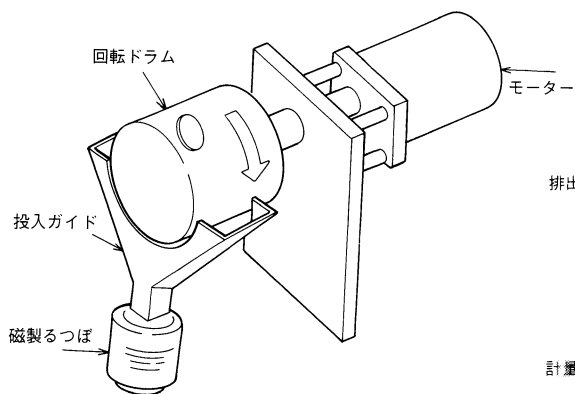


図6 助燃剤自動投入機構図
Mechanism of automatic feeder
for combustion accelerator

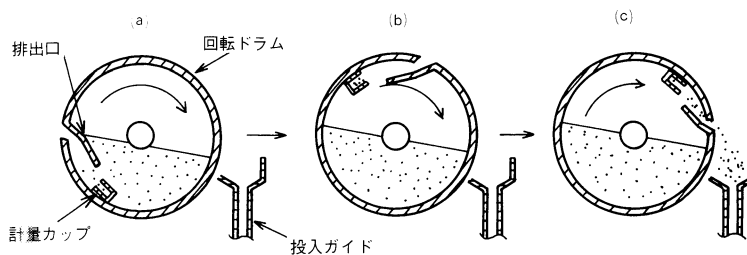


図7 助燃剤すくい取り図
Dip-up mechanism for
combustion accelerator

投入機構は、助燃剤充填用回転ドラム、投入ガイド、駆動用モーターから構成される。回転ドラムの中には助燃剤計量用カップが取り付けられており、粉塵が簡単に入らない構造となっている。

図7は、回転ドラムの計量カップが助燃剤を計量する状態を示したものである。

(a)の状態からドラムが回転することにより助燃剤が計量カップに充填され、すくい取った(b)の状態になる。さらに回転し、(c)の状態において、計量カップから排出口を経て助燃剤を投入する。1回転した時点で(a)の状態に戻り、回転を停止する。このときには、計量カップに助燃剤が充填されている。

本助燃剤投入機構による助燃剤投入実験結果を図8に示す。

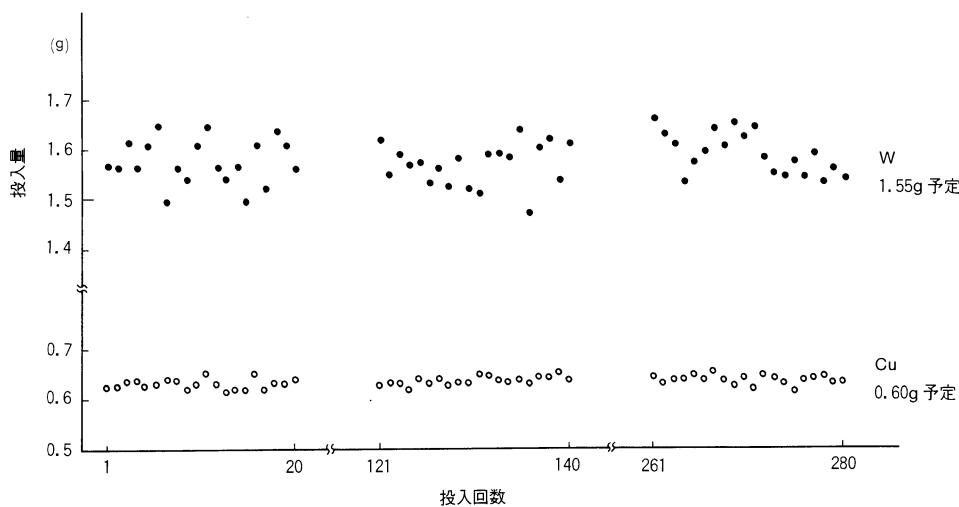


図8 助燃剤投入安定性試験結果(例)
Test results for stability in feeding the combustion accelerator

図8から投入量が長期的に安定していることがわかる。また、手動投入に比べ、自動投入器を用いることにより個人差の出ない安定した結果が得られる。

さらに、自動化の信頼性を上げるために、助燃剤の残量を判断し、警報を出す必要がある。本投入機構では、以下に示すような方法にて残量を判断している。

- 1) 電気的方法：内部に電極を設け、電気の導通を検出する。
- 2) 光学的方法：ドラムの一部に窓を設け、光学センサーにより検出する。

助燃剤の特性・形状により1)、2)を選択する。

4.2 るつぼ供給機構

図9に本システムで使用しているるつぼ供給機構を示す。

るつぼ供給機構はカセット部、るつぼ送り出し機構、空焼部（微量分析対応の場合）るつぼ取り出し機構から構成される。

るつぼカセットは、100個（20個×5列）のるつぼをストックできる。スライド機構により、1列が空になるとスライドして別の列からるつぼを送り出す。

カセット内部にあるるつぼは順次押され、全体が前へ移動する。このときにるつぼ先頭検出器により最適押し出しストロークを制御している。その後、装置のシーケンスに応じて取り出し扉が開き、ロボットハンドで搬送していく。

るつぼは磁製品であり取り扱い方法によっては、割れ・欠けが生じる場合がある。送り出し機構においても同様の問題が考えられるが、図10のリフター機構を設けることにより、信頼性の向上を図っている。プランジャーにてるつぼを押し、その後リフターにてるつぼを持ち上げ、プランジャーを戻した後、ゆっくりリフターを下げる。これにより、るつぼのひっかかりを防止でき、るつぼの損傷もなくなり、るつぼ取り出しの信頼性が向上する。

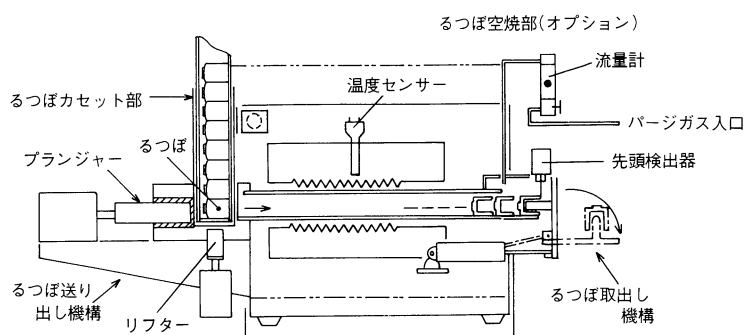


図9 るつぼ供給機構図
Crucible supply mechanism

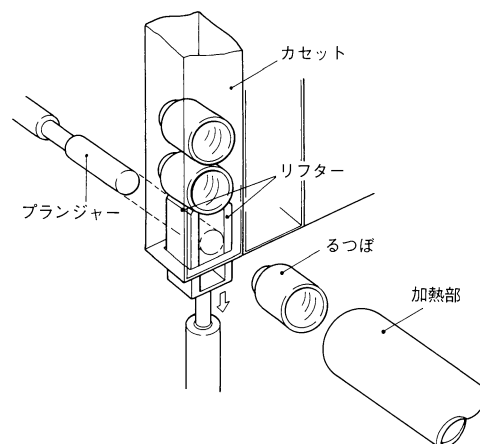


図10 るつぼ送り出し機構図
Crucible feed mechanism

4.3 自動クリーニング機構

炭素・硫黄分析では、高温での酸化燃焼により、成分ガスを抽出するが、同時に試料・助燃剤の酸化物ダストも発生する。ダストは微粉末状であり、装着しているダストフィルターにてトラップされるが、ダストが付着しすぎると、フィルターの目詰まり、ダストへの成分ガス（特にSO₂）吸着という問題が発生し、測定値に影響をおよぼす。

自動化による長時間連続分析を実施するためには、ダストを除去するクリーニング機構が必要となる。

本自動クリーニング機構では、1分析終了毎にガスを吹き付けることにより、ダストを除去している。

図11に、その概略機構図を示す。

1分析終了毎に、ダスト吸引用のカップを燃焼炉の下に自動的にセットし、吸引しておく。この状態においてサンプリングラインからO₂ガスを断続的に吹き付け、圧力変化を与え、ダストフィルターに付着しているダストを除去する。

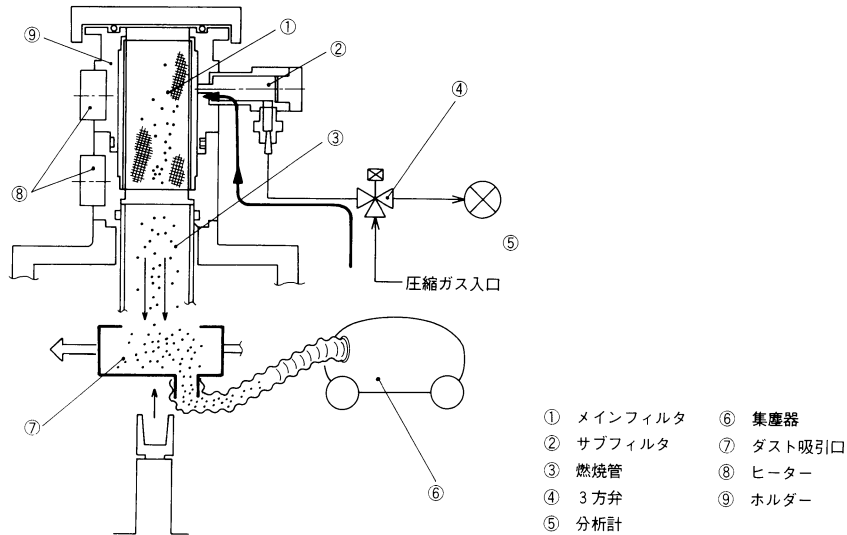


図11 自動クリーニング概略機構図
Mechanism of automatic cleaner

4.4 試料供給機構

汎用タイプにおいて、特長となる要素としては、図12に示すターンテーブルがあげられる。

このテーブルには、秤量済みの試料と助燃剤を添加したるつぼを最大30個までセットでき、自動機の一連のシーケンスの中で、モーターにより回転し、一定位置にるつぼをセットする。

バッチ処理を行うオフラインタイプでは、汎用タイプとは異なるターンテーブルを有する。このターンテーブルには、未秤量の試料を順次（最大48個）セットできる。ターンテーブルの機構および投入機構を図13に示す。

1分析分の試料は可倒構造の受け皿に入れられており、その後方にはプランジャーが配置されている。テーブルの回転停止後にこのプランジャーを作動させることにより試料を投入させる。

なお投入口には試料通過センサーをそなえ、投入動作の確認を行っている。オンラインタイプの試料供給機構については、外部の試料調製機に1分析毎に要求信号を出して試料の受け取りを行うため、一度に多量の試料をストックする機能はなく、基本的に1試料分をストックするホッパーを有し、これをシーケンスに応じて開閉させることにより試料の投入を行う。（図14に示す。）

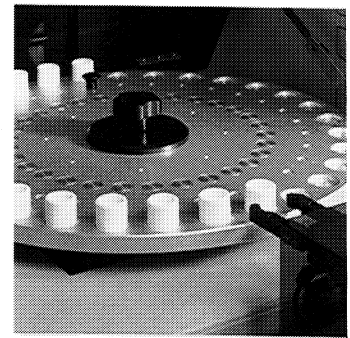


図12 ターンテーブル（汎用タイプ）
Turntable

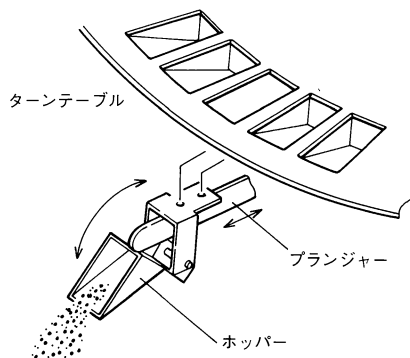
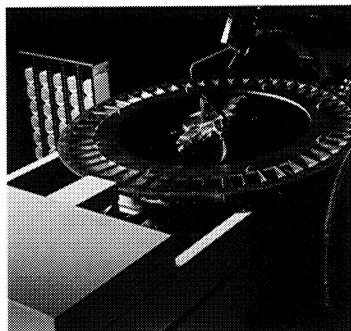


図13 ターンテーブルおよび投入機構図（バッチ処理タイプ）
Turntable and feed mechanism

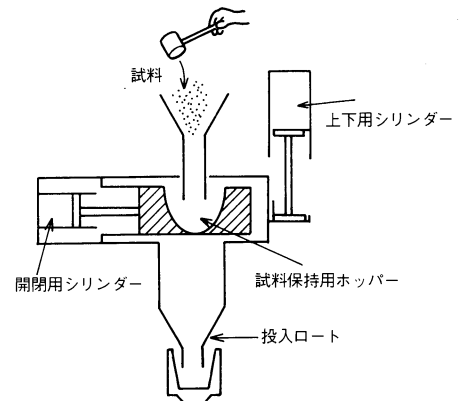


図14 試料投入機構図（オンラインタイプ）
On-line application of sample feed mechanism

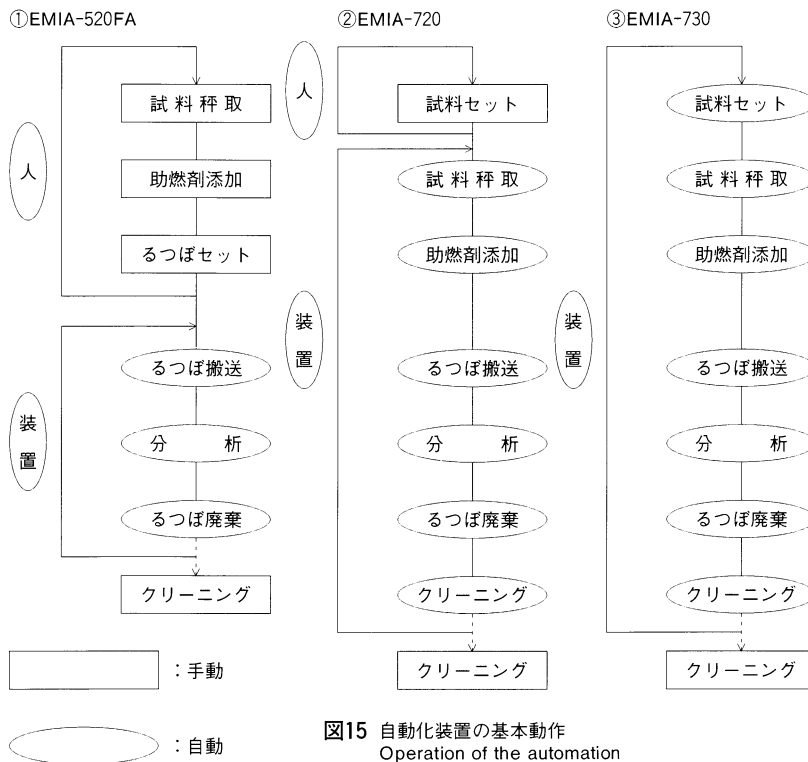


図15 自動化装置の基本動作
 Operation of the automation

5. 自動化分析装置システム概要

5.1 自動化装置外観と基本動作

各シリーズにおける基本動作を手動・自動の両操作に分類して示したものが図15である。試料秤量～助燃剤添加に至る操作の取り扱いにより自動化の内容が大きく変化する。さらに、試料セットに関する取り扱いにより無人化の内容に差を生じる。ハード・ソフト処理の項目別に自動化の内容を分類し、前述の表2に示した。

以下では、機種毎にその概要について述べる。

5.2 自動化レベル I ……るつぼの搬送と廃棄を自動化 (EMIA-520FA)

本機種は、ニューマチック駆動方式を用いてるつぼの搬送と廃棄を自動化したシンプルな自動機である。本装置の外観を図16に、システムの構成を図17にそれぞれ示す。また内部システム構成を図18に示す。

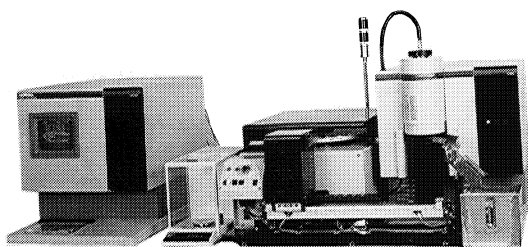


図16 EMIA-520FA 外観
 External view of the Model EMIA-520FA

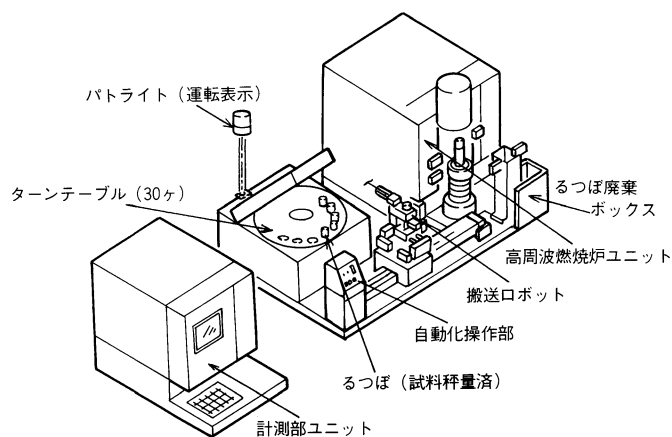


図17 EMIA-520FA システム構成
 Configuration of the Model EMIA-520FA

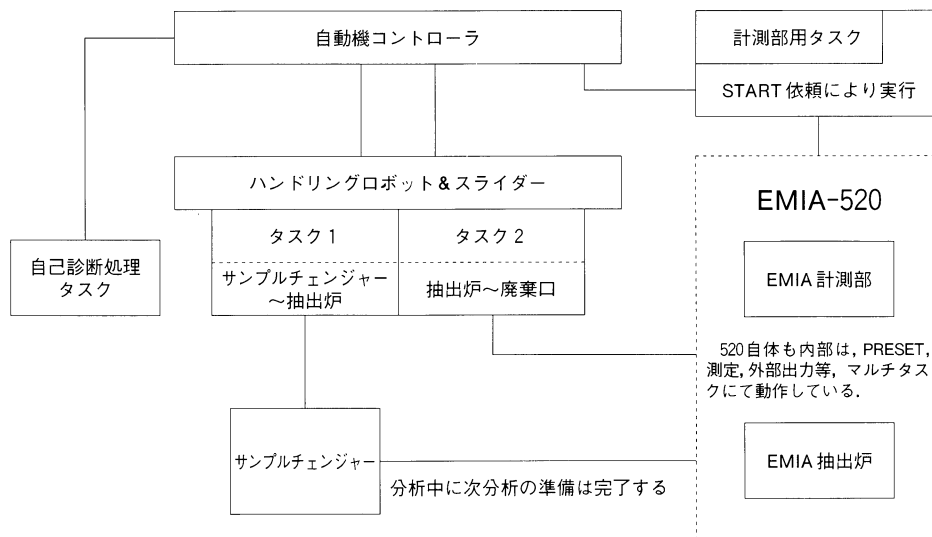


図18 EMIA-520FA 内部システム概要
Internal system configuration of the Model EMIA-520FA

本機種は、表1の「自動化レベルⅠ」にあたり、分析作業者は試料を秤量し、助燃剤と一緒にるつぼに入れてターンテーブルに設置するだけでよく、手動分析装置の工程をかなり削減することができる。

また、自己診断機能もそなえて、単純なバッチ分析だけでなく、連続分析中の試料追加も可能となっている。

5.3 自動化レベルⅡ……試料秤量から抽出炉内クリーニングまで全自動化 (EMIA-720)

本機種は、試料秤量から抽出炉内クリーニングまで全自動化した装置で、表1の「自動化レベルⅡ」にあたる。本装置の外観を図19に、システム構成を図21にそれぞれ示す。本機種には、図20に示すようなニューマチック駆動方式のハンドリングロボットが2式取り付けられている。試料秤量用の自動天秤へのるつぼの出し入れや、抽出炉への搬送を自動的に行う。また、分析終了後の抽出炉内部のクリーニングも自動的に行う。

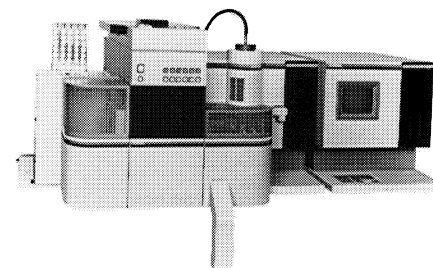


図19 EMIA-720 外観
External view of the Model EMIA-720

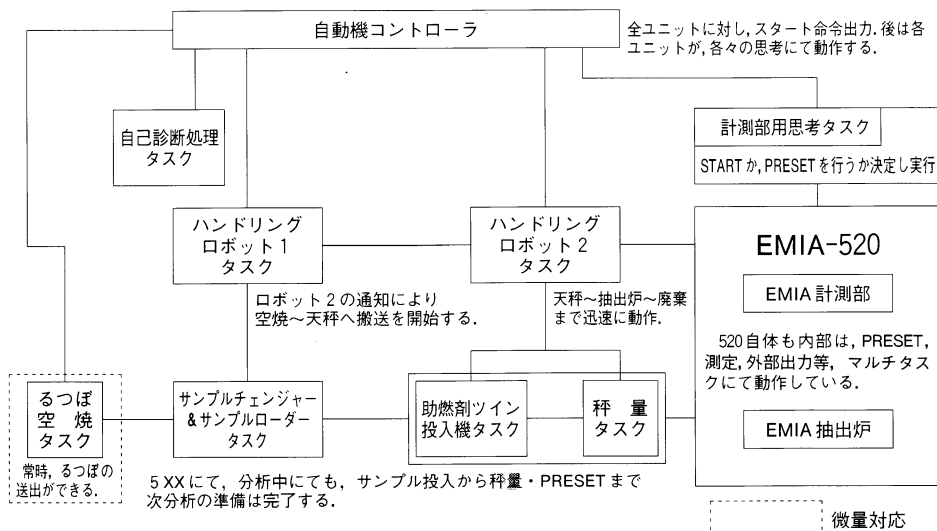


図21 EMIA-720 内部システム概要
Internal system configuration of the Model EMIA-720

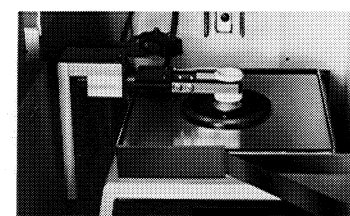


図20 EMIA-720 ロボットアーム
Robot arm used in the Model EMIA-720

本機種は、前述の EMIA-520FA の機能に、試料の秤量、助燃剤の投入、抽出炉内のクリーニング、並列処理項目の自動化などが付加されている。とくに、燃焼ダストの除去やるつぼの空焼機能は、微量分析を行う上で非常に有効に働く。

5.4 自動化レベルⅢ……外部制御機能装備の全自動無人化 (EMIA-730)

(試料調製・供給機構と接続)

本機種は、外部の自動試料調製機構・自動供給機構と接続することにより、全自動無人化が可能な装置である。これは、表 1 の「自動化レベルⅢ」にあたり、外部制御機能をそなえたものである。本装置の外観を図 22 に示す。また内部システム構成を図 24 に示す。この装置は、オペレータの操作を徹底的に不要としたもので、外部からのスタート指令及び外部試料自動供給機からの試料供給を受けて自動分析を行えるようになっている。

本装置のハード構成を図 23 に示す。5 軸制御 (X、Y、Z、開閉、回転) の搬送ロボットは、サーボモータとニューマチック方式を用いて、精度の高い位置制御を行っている。るつぼの搬送は、図 15 の工程に従って、るつぼ供給機と高周波誘導加熱炉の間を水平 (X 軸) 方向に配置してあるガイドレールに沿って行われる。

装置の運転モードは、図 24 に示す内部システムにそって作動する。

外部よりスタート指令を受け、装置は準備状態となる。装置より試料要求信号を上位制御部に出力し、外部試料供給機よりの試料供給を待つ。試料供給実施を認識し、自動運転を開始する。以後は、上記内容を繰り返し、無人で分析を継続する。分析中にも次分析・次々分析の準備の可能な並列処理機能が盛り込まれており、多検体分析の迅速化対応をより一層図っている。

さらに、無人化分析対応のために状態表示・アラーム表示用のモニターパネルをそなえており、状態・アラーム信号を出力する機能を付加することが可能となっている。管理用上位計算機で無人化分析装置の運転状態を診断する上で、きわめて有効である。

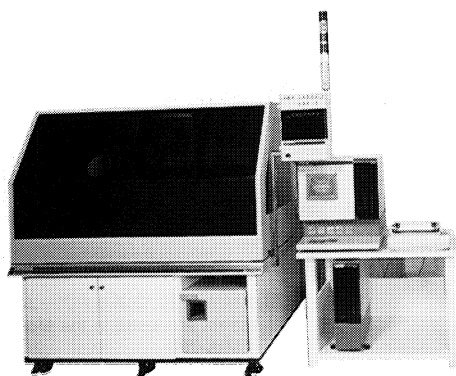


図 22 EMIA-730 シリーズ 外観
External view of the Model EMIA-730 Series

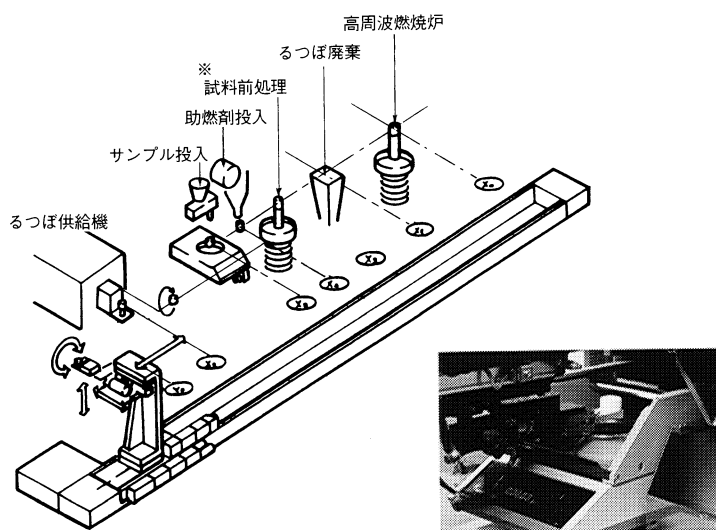


図 23 EMIA-730 シリーズ 自動化機構図及びロボットハンド
Configuration of the Model EMIA-730 Series and robot arm

5.5 微量対応

装置の自動化と併せ分析精度向上も重要である。自動化装置における精度向上のための付加機能としては、るつば空焼機・試料表面前処理炉等を検討した。特に近年、生産量の増大している高純度鋼等の微量炭素分析において前述の機能の効果は大きい。

るつば空焼機は、るつば内部及び表面に付着した炭素分を約1,000℃の高温にて燃焼し、除去するものである。これにより、るつばに起因する炭素分をさわめて低減化でき、さらにはその一層の安定化に有効である。

一方、試料表面前処理炉は、微量炭素分析分野において近年注目されている試料表面・試料内部の炭素分別定量に利用される。鋼材の特性は本来、内部炭素との関係に、表面処理上の特性は表面炭素との関係に起因するとの考え方が注目されつつある。自動化レベルⅢの段階の装置にこの前処理炉を付加することができる。前処理炉は縦型電気抵抗炉となっており、酸素雰囲気・大気雰囲気の選択が可能である。この方式もるつば空焼機と同様に400～500℃付近で試料を加熱し、付着炭素分を除去するものである⁵⁾。内部炭素の脱炭を生じない条件設定をすれば、表面の影響を除去することが可能となる。表3には、表面処理炉使用の有無による高純度鋼中微量炭素分析結果の一例を示した。

試料		表面前処理炉の使用	
		未使用	使用 (430℃ 10分加熱)
社内管理用 C=13ppm	分析値 (ppm)	13.53	10.72
	標準偏差 (ppm)	0.78	0.20
社内管理用 C<10ppm	分析値 (ppm)	8.38	4.47
	標準偏差 (ppm)	0.39	0.16

分析条件 試料種：高純度鉄 1g
助燃剤：粒状銅 0.6g

表3 試料表面前処理効果
Results of pre-treatment of the sample surface

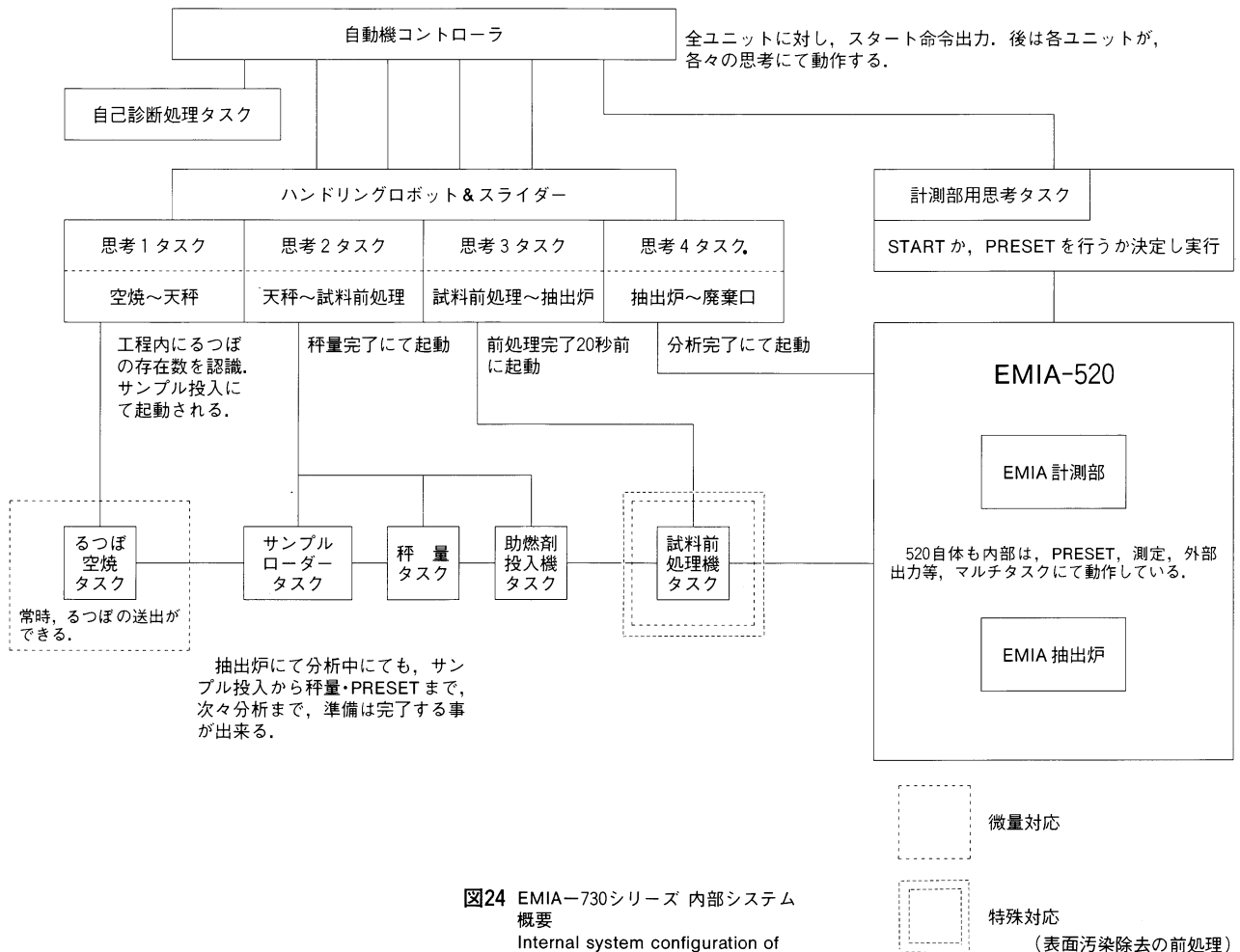


図24 EMIA-730シリーズ 内部システム概要
Internal system configuration of the Model EMIA-730 Series

6. まとめと今後の展開

鉄鋼業界をはじめとした自動化ニーズの増大に応じて、汎用性のあるレベルⅠから本格的なオンライン対応のレベルⅢまでの3タイプの炭素・硫黄自動分析装置を開発してきた。レベルⅢクラスのオンライン無人化分析装置の完成により、分析室の全自動化も夢ではなくなっている。しかし、この段階では工場全体との試料・制御信号の取り合いがきわめて重要な要素となる。

今後の課題としては、このような各社ごとの種々の要求に対して装置側の自由度をいかに高められるかという点にあると考えている。

一方、分析室の自動化を進める上で、炭素・硫黄分析のほか酸素・窒素・水素分析の自動化ニーズも高まりを見せている。

現在、要素技術の開発を進めており、酸素・窒素・水素分析の自動化分析装置の完成に努めている。製品開発を進めていく上で、前述の炭素・硫黄分析と同様に広く自動化ニーズについてご意見・ご指導をいただきたいと考えている。

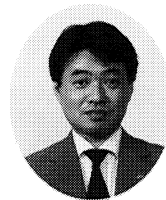
引用文献

- 1) 嘉田教夫：Readout, 1, p.40 (1990).
- 2) 石田正彦：Readout, 1, p.47 (1990).
- 3) 日本鉄鋼協会 共同研究会 鉄鋼分析部会編：“日本鉄鋼業における分析技術”，日本鉄鋼協会, p.21 (1982).
- 4) 日本鉄鋼協会 共同研究会 鉄鋼分析部会編：“日本鉄鋼業における分析技術”，日本鉄鋼協会, p.32 (1982).
- 5) 猪熊ら：鉄と鋼, 71, p.1670 (1985).



辻 勝也

製品開発部 係長
1953年7月29日生
同志社大学工学研究科
工業化学専攻



平野 彰弘

開発3部 主任
1958年12月21日生
京都工芸繊維大学工学部
工業化学科

