

Readout

HORIBA Technical Reports

特集 元素をはかる

July 1992 ■ No.5

酸素・窒素・水素分析装置の
自動化ニーズに向けて

Toward Greater Automation in Oxygen,
Nitrogen, Hydrogen analyzer

平野彰弘

Alihiro HIRANO

(Pages64-73)

株式会社 堀場製作所

酸素・窒素・水素分析装置の自動化ニーズに向けて

Toward Greater Automation in Oxygen · Nitrogen ·
Hydrogen Analyzer平野 彰弘
Akihiro Hirano

要旨

近年、材料特性に対する要求が拡大するにつれ、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。本稿では、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酸素・窒素・水素分析に関する自動化・無人化分析の動向、ならびに装置について述べる。

Abstract

In recent years, the increasing demands for characteristics in manufactured materials have caused phenomenal advances in analytical technology. This has been especially true in the steel industry, which has long been concerned with improving sensitivity, precision, and speed in the analytical process. As increased global competition in the steel industry focuses attention on costcutting, we see even greater necessity to save energy and make the production process more efficient. This has led to intensified demands for greater automated functions and operator-free procedures in the analytical process. The analysis of oxygen, nitrogen, and hydrogen are of particular concern in such fields as the steel and ceramics industries. This paper discusses several procedures and mechanisms for automating the measurement process in the analysis of oxygen, nitrogen, and hydrogen in solid samples.

1. はじめに

近年、工業技術の進歩は著しく、鉄鋼を始めとする諸材料への要求特性が、ますます複雑、高度化している。このような要求への対応策の一つとして、鉄鋼分野では、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。このような高純度鋼が国際的な競争力維持の有効なツールとなっており、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。とくに酸素・窒素・水素量は，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。

今日，世界的に見て鉄鋼中の酸素・窒素・水素分析法は，そのほとんどが不活性ガス融解－赤外線吸収(または熱伝導度)法に依存している。国内においては，鉄鋼以外に金属材料一般，セラミックス材料，その他新素材等の酸素・窒素・水素分析にも，本方式が広く用いられている。最近の主流は，酸素分析用に赤外線吸収法，窒素・水素分析用に熱伝導度法を用いるものである。ガス抽出方式には，黒鉛るつぼ抵抗加熱炉(インパルス炉)，あるいは高周波誘導加熱炉，管状電気抵抗加熱炉が用いられている。前者は，酸素・窒素・水素分析用として広く普及し，後者は水素分析用として一部普及している。

このような酸素・窒素・水素分析法に対し，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。

前報¹⁾は，炭素・硫黄分析に関する自動化について述べた。本稿では，酸素・窒素分析装置，水素分析装置(EMGA-500シリーズ)(**図1**)について，その基本原理を簡単に述べ，自動化・無人化要求に対応するため，当社にて開発した装置について詳述する。さらに炭素・硫黄自動分析装置を含め炭素・硫黄，酸素・窒素，水素のオンライン分析システムについても述べる。

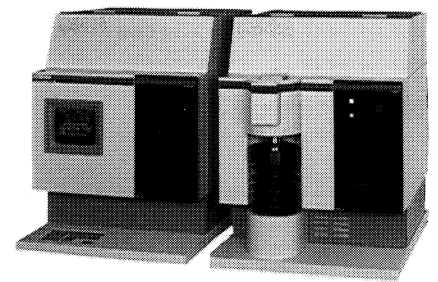


図1 固体中酸素／窒素分析装置 EMGA-520
Model EMGA-520 Oxygen / Nitrogen
Analyzer

2. 酸素・窒素・水素分析装置の概要

金属材料中の酸素・窒素・水素分析には，不活性ガス融解－赤外線吸収(または熱伝導度)法が用いられている。装置は**図2**に示すように融解抽出部，検出部，データ処理・表示部から構成されている。融解抽出部には，インパルス炉を用いる。

この方式では，まず黒鉛るつぼに大電流(～1000 A)を流し，ジュール熱によりるつぼを3000℃以上に加熱し，黒鉛るつぼに含まれている，または付着しているガス成分を脱ガスする。一旦温度を下げ，試料をるつぼに投入後，再度分析に必要な温度(2000～2500℃)に加熱する。加熱にともない試料が融解し，保持材である黒鉛るつぼにより還元され，試料中に含まれる酸素・窒素・水素はそれぞれ一酸化炭素・窒素・水素にガス化し抽出される。キャリアガスにより，それぞれの検出器へ搬送される。検出器出力を演算処理し，試料重量との比から酸素・窒素・水素の含有率を求める。

ここで，抽出炉と共に重要な位置付けにあるのが検出器である。赤外線検出器はガス選択性があり一酸化炭素のみを検出できるが，熱伝導度検出器はガス選択性がないため，**図2**にあるように対象以外の成分を試薬により除去またはカラム分離し対象ガスのみ測定している。

3. 分析の自動化要求の動向

わが国の鉄鋼業は，世界の最先端技術を保有し，世界第3位の位置を占めている。この間には，石油危機，円高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²⁾。分析の省力化，

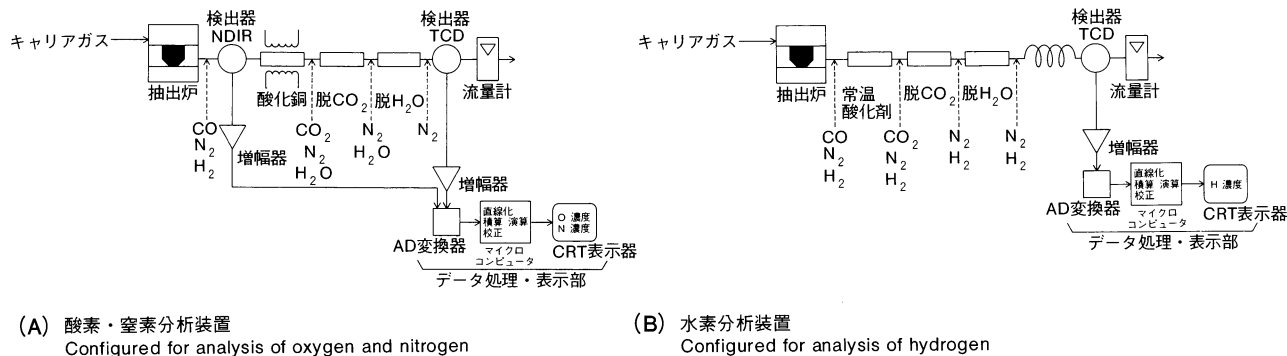


図2 不活性ガス融解-赤外線吸収(または熱伝導度)法分析装置構成
Configuration of equipment for analysis by inert gas fusion and infrared absorption or thermal conductivity

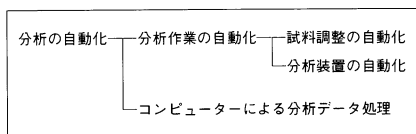


図3 分析の自動化
Automating the analytic process

自動化による徹底的な合理化要求もこの当時から急速に高まった。

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、試料の自動調製、試料の自動装着技術まで含んだシステム化へ進んでいる³⁾。同様の要望が、酸素・窒素・水素分析にも当然広がり、従来の試料・黒鉛のつぼ等の取扱いに関する人手による作業の自動化が指向されている。

当社では、図3に示すような分析の自動化要求に応じて、図4のような分析システム内における位置付けを検討した。

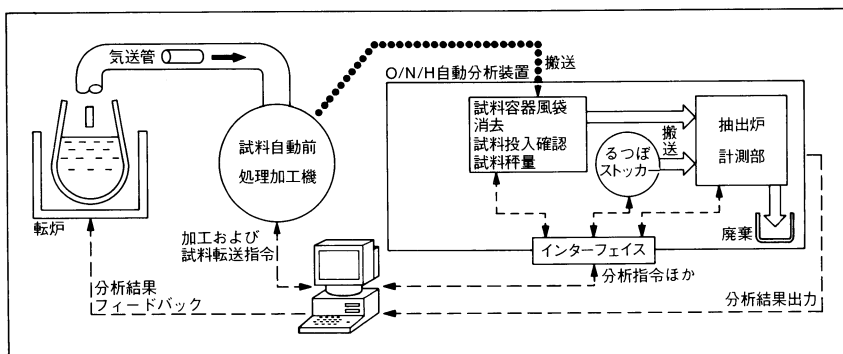


図4 自動分析システム例
A typical automated analysis system

自動化要求は大きく表1の3種類に分類することが可能と考えられる。

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
Stages of automatization

本稿で紹介する EMGA-550FA, EMGA-730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、分析結果を紹介する。

4. 自動化要素技術

前述の要求をふまえ、装置設計面から要素技術を分類したものを表2に示す。これらの要素のうち、おもな共通要素であるるつぼ供給機構、自動クリーニング機構、試料供給機構、試料投入確認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	るつぼ供給機構	試料自動秤量機構	フラックス自動投入機構	るつぼ廃棄機構	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
—	EMGA-520	—	—	—	—	—	—	—	—	○
I, II	EMGA-550FA	・ターンテーブル ・スライド機構 ・ロボットハンド	○	—	△	○	○	—	—	○
III	EMGA-730シリーズ	・スライド機構 ・ロボットハンド	○	○	△	○	○	○	○	○

△(機種により異なる)

表2 自動化要素技術
Technical Factors in automatization

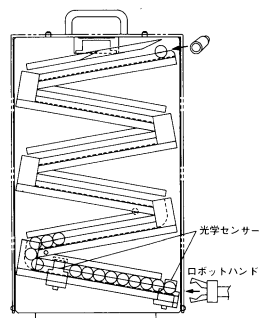
4.1 るつぼ供給機構

酸素・窒素・水素分析においては、黒鉛るつぼが一般的に使用されるが、装置の自動化を図るためには、自動供給機能が不可欠である。

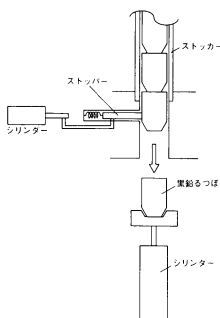
図5に自動化装置にて使用している2種類のるつぼ供給機構を示す。

図5(A)は、オンラインタイプに採用しているるつぼ供給機構である。これは、るつぼストック部分が、つづら折りになったシンプルな機構であり、約70個のるつぼをストックできる。黒鉛るつぼは、炭素・硫黄分析に使用している磁製るつぼとは異なり、表面が極めて滑らかであるため、るつぼのひっかかりが発生せず、自重にて取出し口まで転がってくる。つづら折りの再下段とるつぼ取出し口には光学センサーを設け、るつぼ残量、るつぼ切れをモニターしている。

図5(B)は、バッチ処理タイプに採用しているるつぼ供給機構である。これは、透明アクリルパイプに約50個のるつぼをストックできる。るつぼ取り出し機構は、リフター、ストッパーから構成され、るつぼを1個ずつ取り出せる。



(A) オンラインタイプ
On-line type



(B) オフラインタイプ
Off-line type

図5 るつぼ供給機構
Crucible feeder

4.2 自動クリーニング機構

酸素・窒素・水素分析では、黒鉛るつぼを高温にして脱ガスする時、および試料融解における黒鉛るつぼとの反応時に、黒鉛ダストと少量の金属蒸気が発生する。ダストは微粉末状であり、ダストフィルターにトラップされるが、一部、抽出炉内壁に付着する。抽出炉内壁に付着したダストは、成分ガスの吸着、接触抵抗増加による抽出温度不安定という現象を引き起こし測定値に影響をおよぼす。

通常は、一分析ごとにオペレータが手動にて金属ブラシで清掃しているが、自動化により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。自動クリーニング機構では、一分析終了ごとに回転ブラシを抽出炉電極内に挿入し、るつぼを廃棄するとともに、吸引器によりダストを除去している。

図6に、その概略機構図を示す。

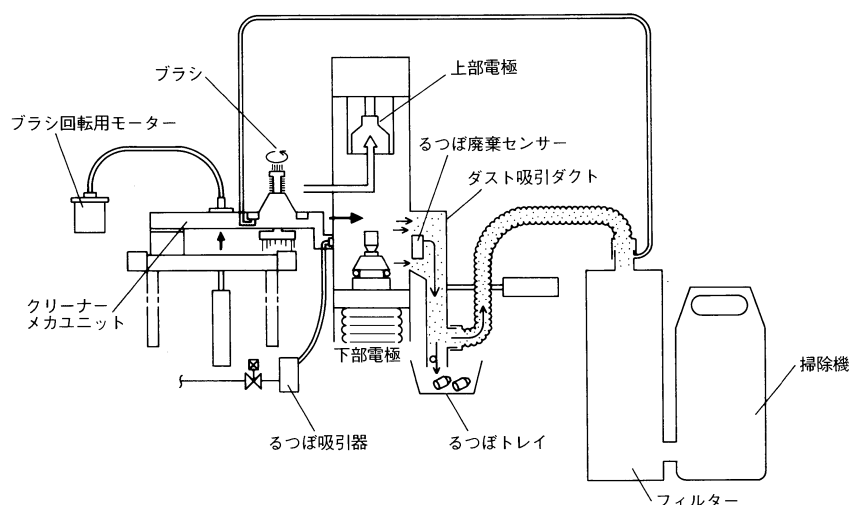


図6 抽出炉クリーニング機構
Cleaning mechanism

分析終了後、クリーニングユニットが動作し、吸引器にてるつぼをピックアップ、廃棄すると同時に、回転ブラシを抽出炉にセットする。ブラシを上に移行させ上部電極を、その後、下に移行させ下部電極を清掃する。清掃時に発生するダストは、反対側にあるダクトより吸引することにより、抽出炉周辺に飛散しないように考慮されている。

4.3 試料供給機構

バッチ処理タイプは、秤量済みの試料を順次(最大48個)セットできるターンテーブルを有する。鉄鋼等のピン状試料は直接、セラミックス等の粉末状試料はNi等のカプセルに封入したのちテーブルにセットする。

ターンテーブルの構造および投入機構を図7に示す。

一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動作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を図8に示す。

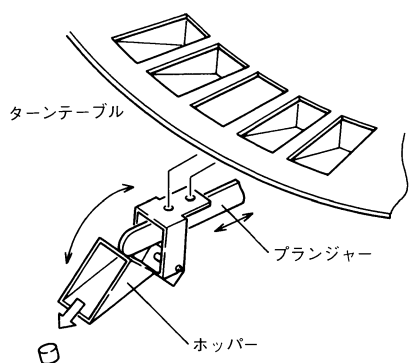
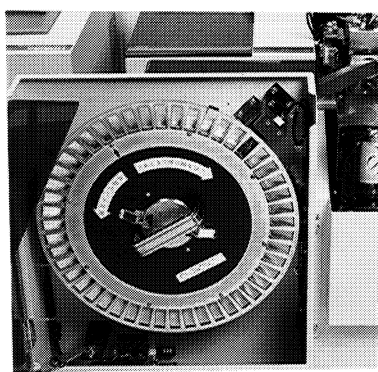


図7 ターンテーブルおよびつぼ投入機構(バッチ処理タイプ)
Turntable and feed mechanism, batch-processing type

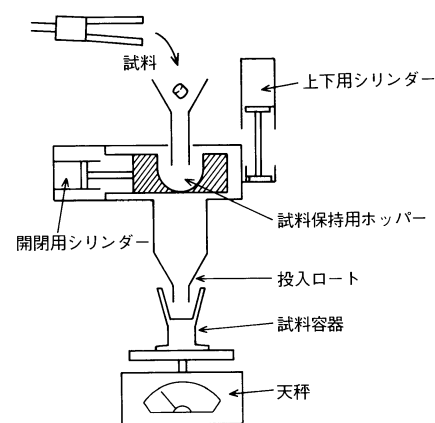


図8 試料投入機構(オンラインタイプ)
Sample feed mechanism, on-line type

これは、外部の試料調整機に一分析ごとに要求信号を出して試料の受け取りを行うため、一分析ぶんの試料をストックするホッパーを採用している。自動化装置のシーケンスに応じて、天秤風袋消去・ホッパー開閉を行い、試料を秤量カップに投入する。自動機全体の時間短縮を計るため、および天秤に対する風の影響を少なくするために風防全体を開閉することなく、風防上部の投入口から試料投入を行う。試料投入後は、装置の分析動作と並行して、次の分析用の試料をホッパーにストックすることができる。

4.4 試料投入確認機構

酸素・窒素・水素分析においては、黒鉛つぼの脱ガスという動作が必要であるため、炭素・硫黄分析とは異なり、試料とるつぼを別々に搬送する必要がある。るつぼの脱ガス中は、試料を上部電極上のホッパーに保持しておき、脱ガス終了後にるつぼへ投入する。このとき、試料形状によっては、通過口に止まって正しく投入できない場合があり、正しく投入されたか確認する必要がある。試料投入確認機構を図9に示す。

試料投入確認機構は、確認ロッド、動作用シリンダーから構成される。

試料保持用ホッパーが開いたあと、シリンダーが動作し確認ロッドを通過口に挿入する。試料が途中で止まっていた場合、シリンダーが正規の位置まで移動できないことをリミットスイッチにて検知し、アラームを表示する。また、切粉状試料が止まっていた場合、確認ロッドにて強制投入する効果も期待できる。

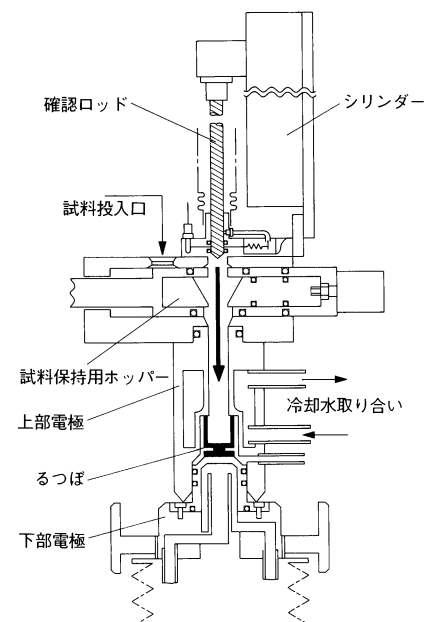


図9 試料投入確認機構
Verification mechanism of sample feed

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

各自動化装置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10である。ハード・ソフト処理の項目別に自動化の内容を分類し、表2に示した。

以下では、各自動化装置毎にその主要な機能・特長について概説する。

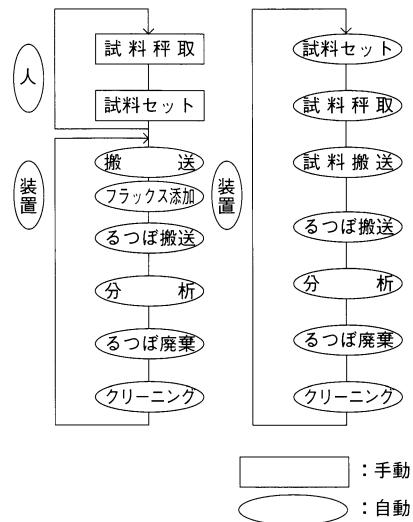


図10 自動化装置の基本動作
Flow of automated procedures

5.2 自動化レベル I, II --- るつぼの搬送と試料投入を自動化 ---

自動酸素／窒素分析装置 (EMGA-550FA) は、ニューマチック駆動方式のハンドリングロボットを用いてるつぼの搬送と試料投入を行う自動化装置である。本装置の外観を図11に、システムの構成を図12に、内部システムを図13にそれぞれ示す。この装置は、セラミックス分析用のためフラックス投入機構を備えており必要量投入する。フラックスとしては、Sn, Niを両方または選択使用できる。鉄鋼分析用のEMGA-520FAはフラックス投入機構を備えていないが、装置動作は同様である。

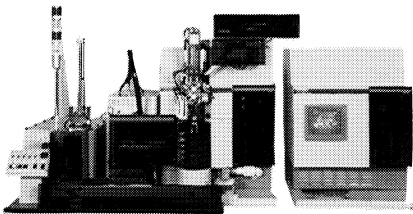


図11 自動酸素・窒素分析装置 EMGA-550FA
Model EMGA-550FA Automatic Oxygen / Nitrogen Analyzer

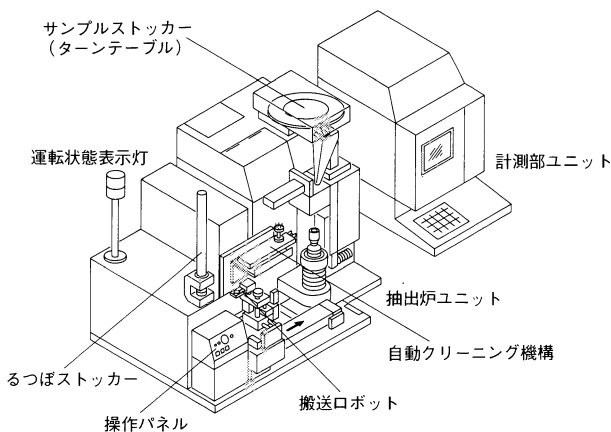


図12 EMGA-550FAのシステム構成
System configuration of the model EMGA-550FA

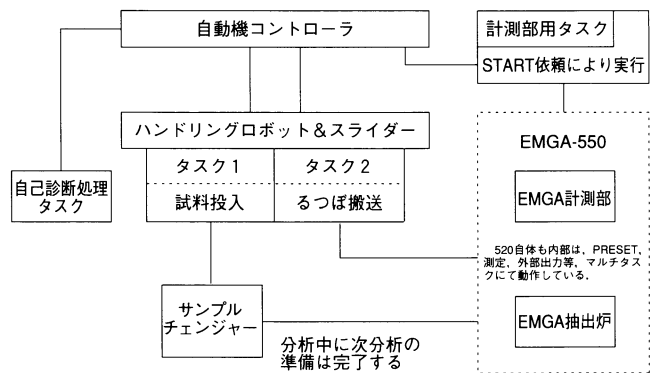


図13 EMGA-550FAの内部システム概要
Overview of the internal system in the model EMGA-550FA

本装置では、秤量済みの試料をターンテーブル(最大48個)に、るつぼをストッカーにセットしたあと、運転スイッチを押すだけで自動分析を行うため、手動分析の行程をかなり削減することができる。

また、自己診断機能も備えて、単純なバッチ分析だけでなく、自動分析中の試料追加も可能である。

5.3 自動化レベルⅢ---外部制御機能装備の全自動無人化---

外部の自動試料調整機構・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。

全自動酸素/窒素分析装置(EMGA-730)の外観を図14に、自動化機構およびロボット手を図15、内部システムを図16にそれぞれ示す。

本装置は、6軸制御(X, Y, Z, 開閉, 回転, 上下)のニューマチック駆動方式ハンドリングロボット、サーボ駆動によるスライドロボットにより高精度な位置制御を行っている。

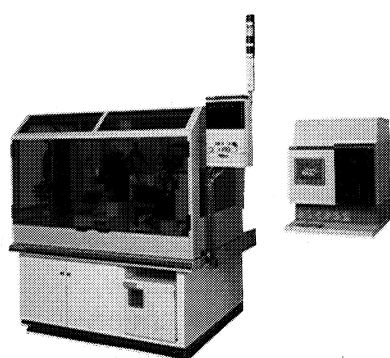


図14 全自動酸素・窒素分析装置EMGA-730
Model EMGA-730 Full Automatic
Oxygen / Nitrogen Analyzer

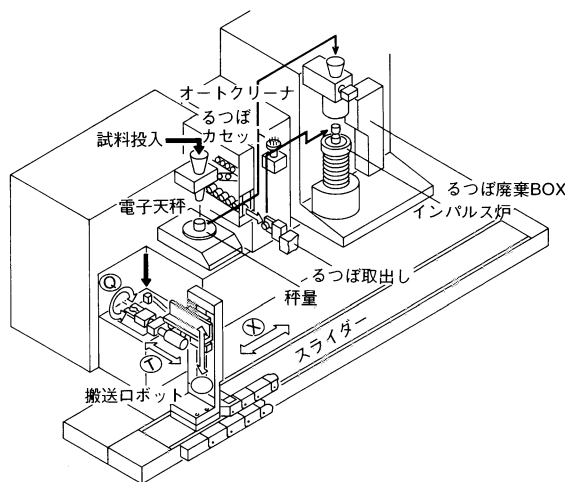


図15 EMGA-730の自動化機構図とロボットハンド
EMGA-730 Series: Automated mechanisms and robot hand

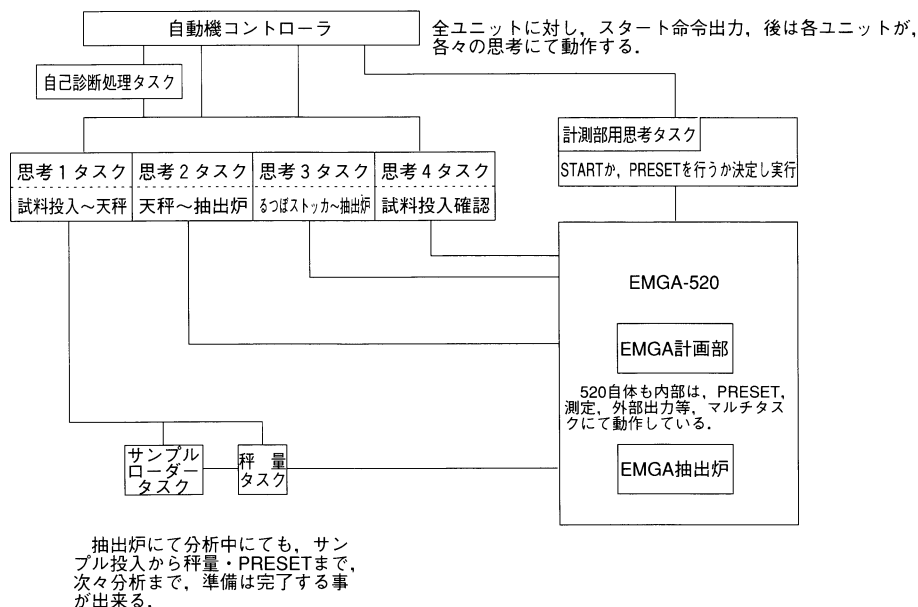
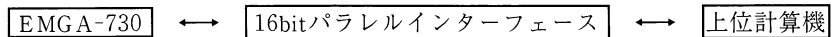


図16 EMGA-730の内部システム概要
EMGA-730 Series: Overview of the internal system

本装置では、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いる。さらに外部制御機能を有しており、16bitパラレルインターフェースにて上位計算機と取り合うことができる。



このインターフェースを介して、スタート/ストップを行うことはもちろん、本装置の動作状態、アラーム内容を常時モニターすることも可能である。

6. 炭素・硫黄/酸素・窒素/水素オンライン分析システム

今回、酸素・窒素・水素自動化分析装置をラインアップしたことにより、炭素・硫黄自動化分析装置とあわせて、分析室の全自動化システムを構築することができる。

分析室の全自動化システム一例を図17に示す。

炭素/硫黄はEMIA-730，酸素・窒素はEMGA-730，水素はEMGA-731にて分析する。他の必要な成分は、発光分光分析装置や蛍光X線分析装置にて分析し、上位計算機へデータを転送する。

自動化分析装置にて分析した例を表3に示す。手動分析結果と比べても良好であることが判る。

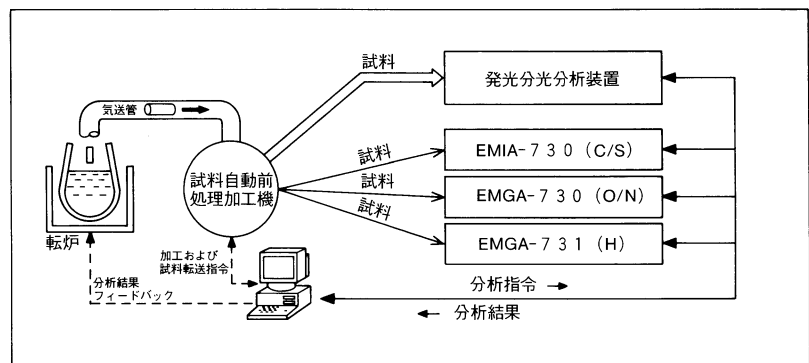


図17 分析室全自動化システム例
Laboratory set up with a fully automated analysis system

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 (%)
精製試料-3	0.0077	0.00761	0.00014	1.85	0.0019	0.00188	0.00004	2.52
JSS 652-9	0.051	0.05036	0.00028	0.56	0.0066	0.00622	0.00010	1.58
JSS 154-11	0.098	0.09655	0.00063	0.65	0.0040	0.00350	0.00006	1.76
JSS 150-11	0.46	0.46258	0.00186	0.40	0.032	0.03243	0.00037	1.15
JSS 065-3	0.80	0.80544	0.00278	0.35	0.0091	0.00896	0.00015	1.67
JSS 601-8	1.06	1.05877	0.00330	0.31	0.0070	0.00619	0.00013	2.03
精製試料-7	0.764	0.76758	0.00254	0.33	0.293	0.29042	0.00226	0.78

(n=10)

試料名	酸 素				窒 素			
	管理値 (wt ppm)	平均値 (wt ppm)	標準偏差 (wt ppm)	変動係数 (%)	標準値 (wt ppm)	平均値 (wt ppm)	標準偏差 (wt ppm)	変動係数 (%)
JSS GS-2b	14.6	14.2	0.29	3.4	156	155.2	1.12	0.72
JSS GS-4a	198.3	199.2	2.15	1.08	25.6	25.3	0.50	1.97
精製試料-2	—	—	—	—	8.0	9.5	0.53	5.53
JSS 601-8	—	—	—	—	165	169.5	0.48	0.28

(n=5)

試料名	水 素			
	管理値 (wt ppm)	平均値 (wt ppm)	標準偏差 (wt ppm)	変動係数 (%)
JSS GS-1c	1.7	1.68	0.041	—
精製試料-12	5.6	5.64	0.058	—

(n=5)

表3 自動化分析装置による分析結果
Results using automated analysis equipment

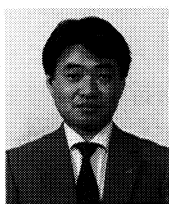
7. まとめ

鉄鋼業界をはじめとした自動化要求の増大に応じて、汎用性のあるバッチ処理タイプから本格的なオンライン対応タイプまで、炭素・硫黄，酸素・窒素，水素自動分析装置を開発してきた。オンライン対応シリーズの完成により分析室の全自動化も現実のものとなってきている。しかし、この段階になると工場全体システムとの試料・制御信号の取り合いが極めて重要な要素となる。

今後の課題としては、このようなユーザー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。ユーザーの皆様方から自動化装置についてのご教示・ご指導をいただきたいと願ってやまない。

引用文献

- 1) 辻 勝也，平野彰弘：Readout, No.2, P.73-84(1991)
- 2) 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).
- 3) 富山茂樹，成田正尚，小須田道彦：“分析試料の自動調整装置”，日本鉄鋼協会講演論文集 材料とプロセス，VOL5, No.2, P.442(1992)



平野彰弘

Akihiro Hirano

生産本部科学計測開発部 係長

1958年12月21日生

京都工芸繊維大学

工芸学部工業化学科卒業

