

Readout

HORIBA Technical Reports

特集 分析のシステム化

March 1997 ■ No.14

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 , Tsukasa SATAKE

(Pages25-28)

株式会社 堀場製作所

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(T_{90})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 (T_{90}) 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

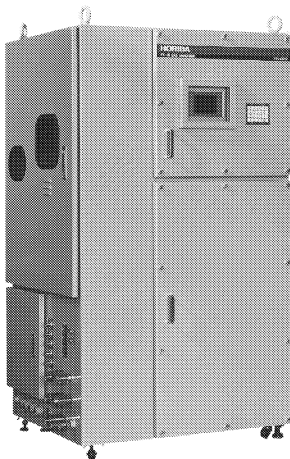


図1 プロセス用 FTIRガス分析装置 FT-1000
The FT-1000 Gas Analyzer

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。

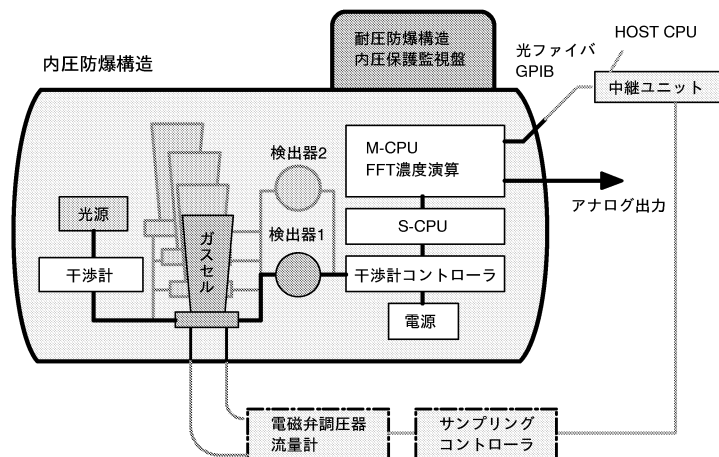


図2 FT-1000のシステム構成
Schematic diagram of the FT-1000

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。

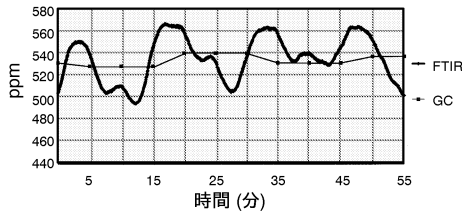


図3 FTIRとPGCによるプロパジエン濃度のオンライン測定結果
Measurement results of propadien using the FT-1000 and PGC

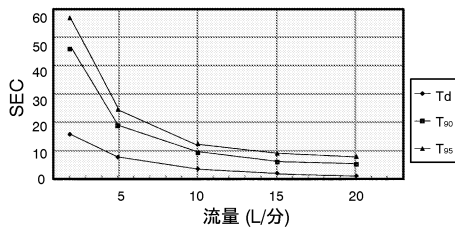


図4 10mセルの応答速度
Response time of 10m gas cell

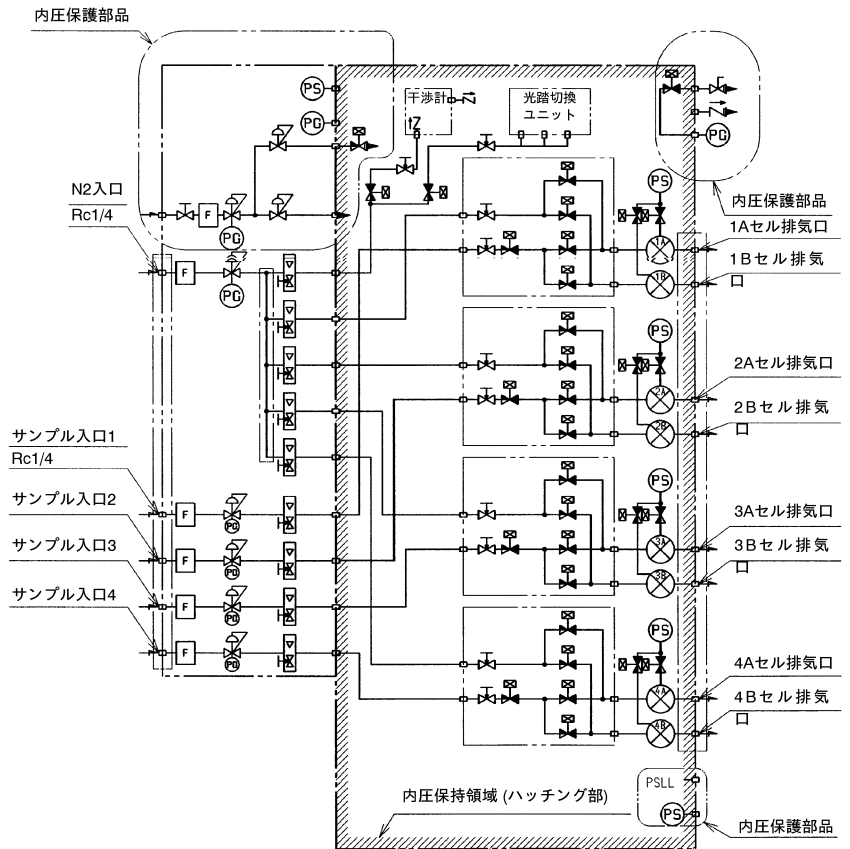


図5 FT-1000のサンプリングフロー例
Sampling flow of the FT-1000

(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

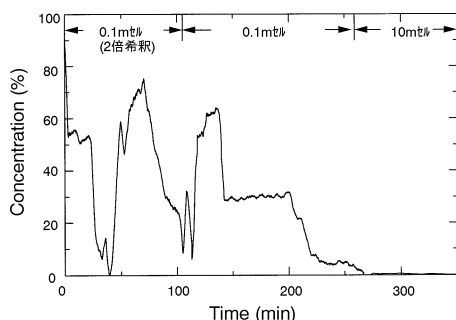
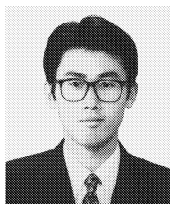
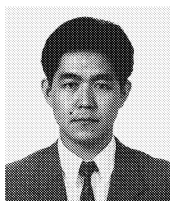


図6 プラント立ち上げ時のプロピレン濃度の変化
Propylene concentration at the starting of ethylene plant



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 fG4
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).

