

Readout

HORIBA Technical Reports

特集 分析のシステム化

March 1997 ■ No.14

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, Masao MIZUTA

(Pages 35-40)

株式会社 堀場製作所

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。

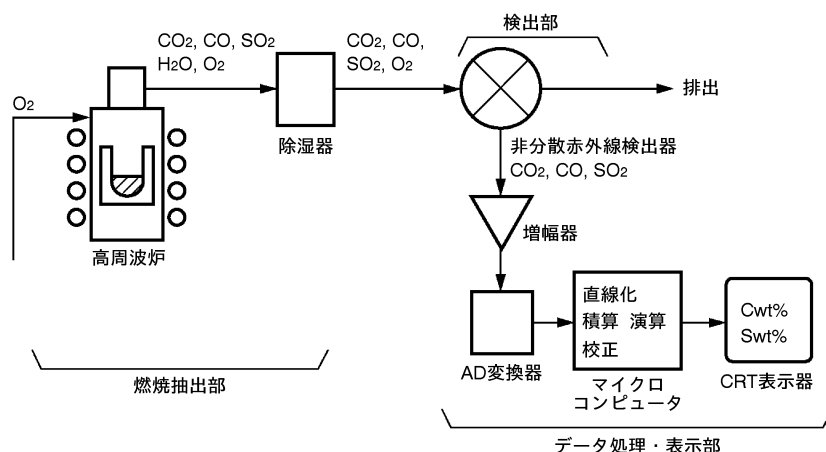


図1 EMIA-820のフローダイアグラム
Schematic diagram of EMIA-820 Series

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
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。

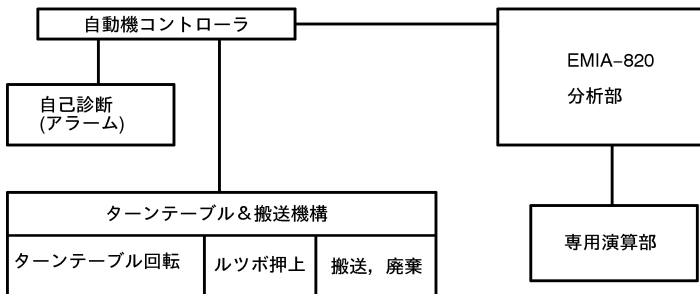


図3 EMIA-820FA 内部システム概要
System configuration of EMIA-820FA

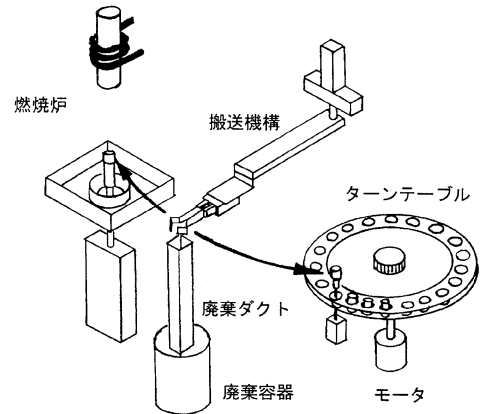


図4 EMIA-820FAの搬送機構
Sample transfer mechanism of EMIA-820FA

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

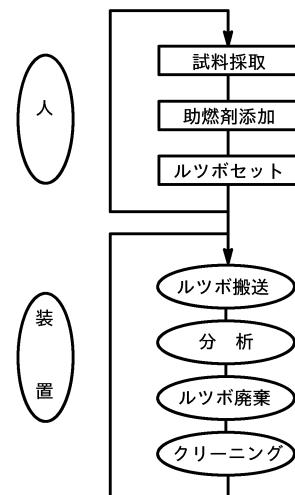


図5 自動化基本フロー
Flow of sample

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。

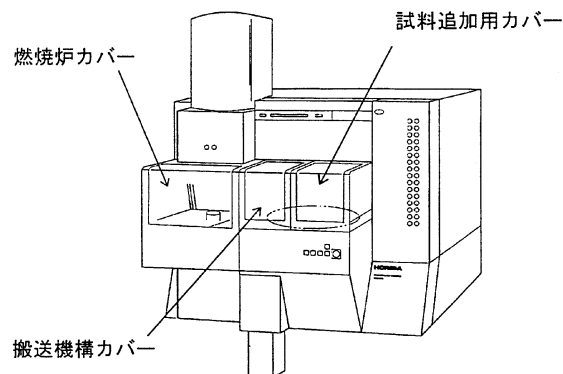


図6 安全カバー装着図
Protection covers for safe operation

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

