

ガス分析用自動試料調製装置*

杉原 孝志*² 齊藤 啓二*³ 小石 想一*⁴

Full Automatic Sample Preparation Apparatus for Gaseous Analysis

Takashi Sugihara, Keiji Saitou, Souichi Koishi

1 はじめに

鉄鋼の製造コストの低減と製品品質向上の推進により、製造工程に添った成分含有量の迅速な把握は鉄鋼製造に不可欠となり、そのため、発光分光分析や蛍光X線分析のコンピュータ化や自動化を実施し、迅速性や分析精度の向上を図っている¹⁾。しかし、鉄鋼中の酸素、窒素などのガス成分の分析には試料の調製および前処理法として、一般的に切断、研磨あるいは打ち抜き法²⁾が用いられているが、操作が煩雑であり、また表面酸化や汚染のため分析精度の低下などの問題があり、自動化が実施しにくい。

そこで、表面汚染が少なく、迅速に試料を採取できる方法として放電加工法に着目し、試料の表面酸化が少なく、全自動で試料調製ができる装置を開発したのでその特徴を報告する。

2 装置概要

鉄鋼中の酸素および窒素の分析は、0.5~1gの試料を黒鉛ルツポに入れ、加熱融解後発生する燃焼ガスをガスクロマト分離し、COあるいはN₂をキャリアガスであるHeとともに検出器に送り込み、その量を測定している。ルツポに投入する試料の形状は、試料表面に付着する酸素、窒素を考慮し、表面積を小さくするため塊状とする必要がある。

2.1 装置仕様

開発した装置の仕様をTable 1に、装置の外観をPhoto 1に示す。装置の特長は次のとおりである。

- (1) 供試料は切断により表面が酸化しており、この酸化層を除去するための電極棒(研磨用)を設け、また試料の両面の酸化層を除去するため試料反転装置も具備した。
- (2) 採取試料の重量は、パイプ電極の径を換えることにより容易に変更することができる。また放電を円滑に行うために、電極内部から加工液を噴出させ切削屑を除去する方式とし、電極の消耗と放電による切削を均一にするため電極に回転機能を設けた。
- (3) サーボモーターによる電極の送り機構とし、放電クリアランスを常に保てるようにした。

Table 1 Specifications of equipment

Power Source ・ Discharge output ・ Discharge circuit ・ Discharge cycle	60 A(max)-50 V(max) 3.0 kVA Pulse control, arc discharge 60~800 Hz
Discharge portion Discharge head Electrode	Servo moter (Stroke 200 mm) Two head method (0~120 rpm) Polishing: Copper red 10 mmφ Scooping: Copper pipe 5~9 mmφ × 0.5 mm ϕ
Handling portion Sample clamp Sample reverse Sample transfer	Magnet and clamp Rotary actuator Air cylinder
Solvent circulation Tank capacity	Nonconductive solution 79 l
Specimen (mm) Present sample Prepared sample	20 ϕ × 45 ϕ × 2 t × 10 t 4 ϕ × 10 ϕ × 2 t × 10 t

などが挙げられ、試料に導電性があれば硬度、性状等に関係なく短時間に一定形状の試料の採取が可能である。

2.2 採取試料

採取した試料の形状をPhoto 2に示したが、通常ガス分析用では5 mmφ×5 mm ϕ (0.8 g)の円柱状で、表面は非常に微細な結晶構造となっており、切断等により形成された酸化層は放電により除去されている。

従来の試料調製方法では表面が酸化され、分析値の変動の要因となっていたが、本装置によりその問題が解決された。

2.3 処理工程

Fig. 1に試料調製方法のフローを示す。

装置に試料をセットした後、表面研磨、切削、試料の取り出し

*¹ 平成元年2月16日原稿受付

*² 川鉄テクノロジー(株) 総合検査・分析センター水島事業所 主任研究員

*³ 川鉄テクノロジー(株) 総合検査・分析センター水島事業所 主任研究員

*⁴ 川鉄テクノロジー(株) 総合検査・分析センター水島事業所 事業所長

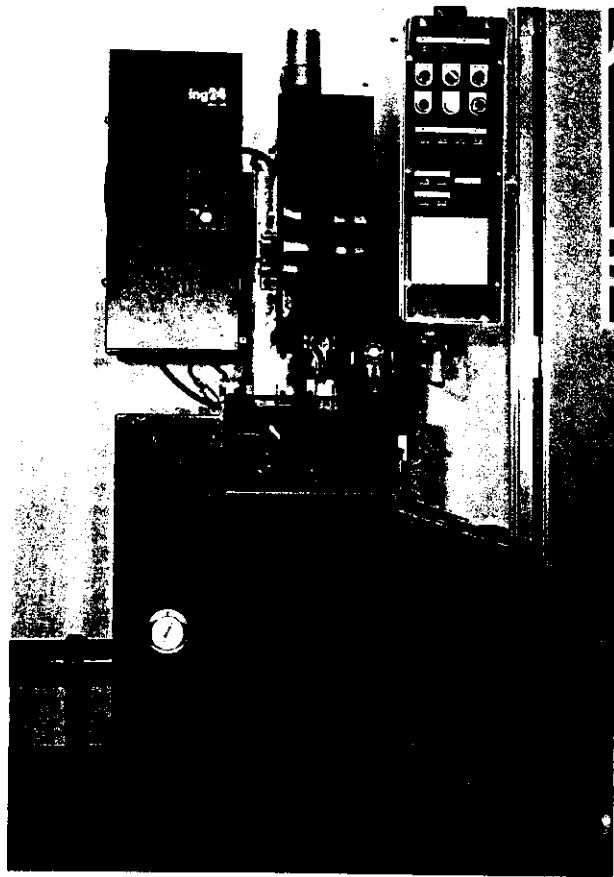


Photo 1 View of the developed full automatic sample preparation machine

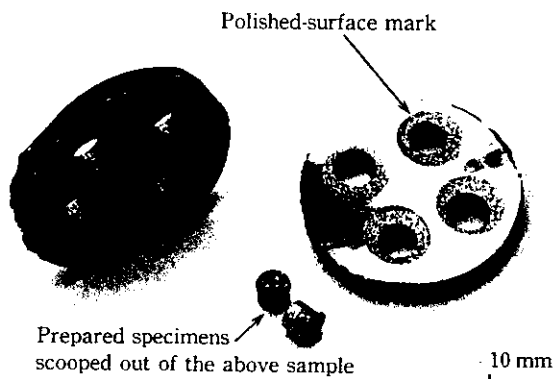


Photo 2 Appearance of specimens after preparation

Table 2 Comparison of analytical results between conventional method and this method

		(ppm)			
		This method		Conventional method	
		X	RSD	X	RSD
N	A	40.5	1.5	39.6	1.7
	B	361.2	4.2	361.5	5.1
O	A	239.8	3.0	232.8	3.4
	B	56.7	0.6	50.2	0.9

Note (1) X: Average
RSD: Relative Standard Deviation
(2) n=5

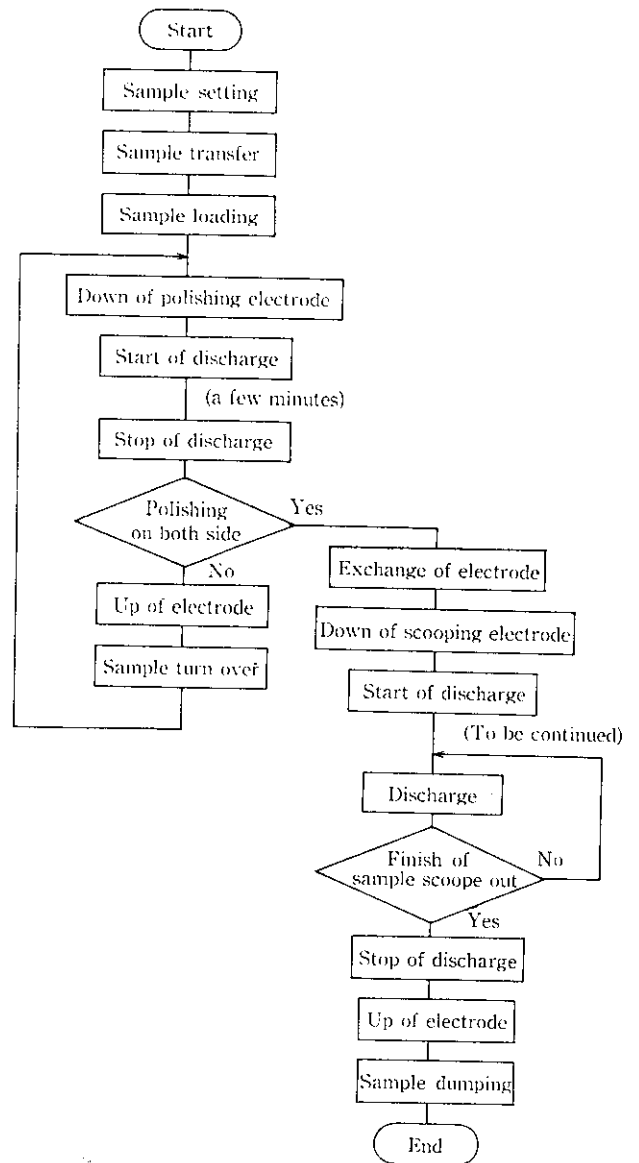


Fig. 1 Schematic diagram of sample preparation

での全工程を自動で処理する。その間の所要時間として、低合金鋼で約70秒で処理でき、従来法の約180秒と比較し短時間に調製が可能である。

2.4 分析結果の比較

従来の切断研磨法と本法で調製した試料の分析結果の比較をTable 2に示したが、分析値に差は認められず分析精度は向上している。

参考文献

- 1) 杉原孝志, 斉藤啓二, 合田明弘, 畑 俊彦: 鉄と鋼, 72 (1986) 16, 2287
- 2) 石井照明, 吉岡 豊, 佐藤重臣, 江種俊夫, 佐藤光威, 前田孝三: 鉄と鋼, 71 (1985) 13, S1205

〈問い合わせ先〉

川鉄テクノリサーチ株式会社
総合検査・分析センター 水島事業所
TEL_0864 (47) 4624