

住友金属工業㈱ 中央技術研究所 理博 藤野允克

○猪熊康夫 稲永昭二

1. 緒言： 冷延鋼板焼鈍過程における炉内反応を明らかにするため、ガスクロ方式による全自動ガス分析計を開発し、炉内における雰囲気ガス組成の変化を継続的に把握することにした。汎用型のガスクロにミニコンピューターを接続してサンプリング、検量線の自動校正、分析操作及び分析データの演算などを自動化することにより、目的に適った装置を開発し得たので以下に報告する。

2. 分析計の試作： 炉内反応の解析に必要な成分のうち、 H_2 と N_2 は TCD で、 CO 、 CO_2 、 CH_4 、 C_2H_4 及び C_2H_6 は FID で検出することにし、 CO と CO_2 の微量を定量するため還元炉で CH_4 に変換することにした。なお、 H_2O は別途露点計で連続測定することにした。

本分析計の装置構成は、ガスクロ本体（島津 GC-6AM）にミニコン（クロマトパック 1AX）並びに自動分析インターフェイス（PRG-100A）を付加し、自動ガスサンプラー及びカラム切替コックなどの作動はもちろん、分離不十分ピークの垂直分割処理、不要ピーク（含ノイズ）の除去及び定量計算など、それぞれのデータ処理並びに検量線の校正も含めたプログラムによる自動分析システムとした。なお、クロマトグラムの分離状態をモニターするため、レコーダー（R-31）も合せて接続した。

分析操作は、図 1 に示すシーケンスに従って実行される。つまりスタートと同時にレコーダーの零調整を行い、次にガスサンプリングし、3.5 分経過後レコーダーをドライブさせることによりチャート紙の無駄を無くしている。カラムによる各成分の分離は 18.5 分で終了するようにプログラムした。なおその間のピークの分離状態はレコーダーに記録されている。以上、1 回の分析サイクルは 20 分であり、24 回分析毎に 1 回標準ガスによる検量線校正を行うようにした。

図 2 にクロマトグラムの一例を示す。また図 3 は分析結果の表示例であり、リテンションタイムと分析結果（%）を示すようにした。

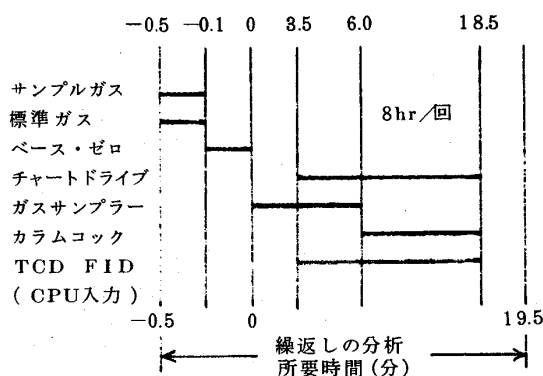


図 1. 分析シーケンス

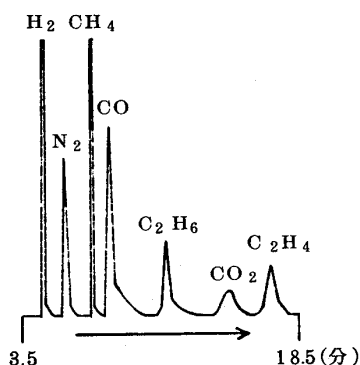


図 2. クロマトグラム

C-PAC-1 (時刻) 1550		
(月・日)	(サンプル名)	Dt
		58 Sc No
		Dh No
		Sp Tb
		01 An Tb
		01 Cl Tb
IDF	TIME	** Pk No
	124	1 H_2
	211	2 N_2
	371	3 CH_4
	411	4 CO
	930	5 C_2H_6
	1391	6 CO_2
	1733	7 C_2H_4
G 1	H_2	8.09889 (%)
G 2	N_2	90.61435
G 3	CH_4	.12153
G 4	CO	.58399
G 5	C_2H_6	.00850
G 6	CO_2	.08229
G 7	C_2H_4	.08889

図 3. 結果の表示

3. 実験結果： (1)ミニコンを接続することにより、試料ガスのサンプリング及びカラム切替コックの作動、クロマトグラムの波形処理、定量計算並びに標準ガスによる分析値の校正などを自動化した。分析サイクルは 20 分である。(2)検量線は一点校正の直線回帰で十分な精度が得られ、連続 30 回分析の長時間安定度テストでは、含有率 0.1 % 以下において変動係数にして 5 % 以下と非常に良好であった。(3)本装置は冷延鋼板焼鈍過程の反応解析に有効な装置である。