

PNC ~~字~~ J7675 95-001

本資料は2000年3月31日付けで登録区分  
変更する。

研究調整 Gr 【管理担当箇所名】

高速液体クロマトグラフ法を応用した  
坑廃水の自動モニタリングシステムに関する調査

(動力炉・核燃料開発事業団 調査報告書)

1995年2月

株式会社 三 弘

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合は、下記にお問い合わせ  
ください。

〒319-1184 茨城県那珂郡東海村村松4番地49  
核燃料サイクル開発機構  
技術展開部 技術協力課

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to:  
Technical Cooperation Section,  
Technology Management Division,  
Japan Nuclear Cycle Development Institute  
4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki 319-1184,  
Japan

© 核燃料サイクル開発機構  
(Japan Nuclear Cycle Development Institute)

1995

## 1. 高速液体クロマトグラフィーを応用した抗廃水の水質自動モニタリングシステムに関する調査

### 1.1 目的

ウラン鉱山からの抗水または廃水による鉱害を防止するため、抗廃水排出基準規制などが強化されている。1993年には水質汚濁防止法の強化改正が実施され、ウラン鉱山でも廃水の浄化処理技術と水質モニタリング技術の自動化、高度化が求められている。このような環境保全技術は、国内だけでなく海外のウラン鉱山においても開発・操業・閉山の総ての過程で今後益々重要な技術となることが予想される。また、これらの技術は海外でのウラン探査活動を進展させるための鉱山開発に起因する環境汚染を防止するためにも大変重要で、ウラン鉱山の抗廃水水質に係わる各種の規制項目を常時自動的に監視できるシステムを開発することが要望されている。

最近の化学成分の分析手法の動向は、従来の単成分分析手法と異なり、同一原理に基づいて高度なコンピューター技術を駆使して、多成分を同一検出器を用いて同時に分析、定量し、幅広い情報を得て適切な状況判断をしていこうという方向にある。一般にこの考え方による化学分析手法としては、有機物を測定対象にした高速液体クロマトグラフィーがよく知られている。この原理を電気伝導度検出器を用いて無機イオンに応用したものがイオンクロマトグラフィーである。最近、この方法はその有用性が認められて、工場排水試験方法 JIS K 0102 にイオン種の新しい分析法として採用され、排水管理の有力な手段となってきている。

多成分イオン成分同時分析法としてのイオンクロマトグラフィーは、あらかじめ実験的に定められた測定条件に従って、一定組成の溶離液の流れの中に一定量の少量のサンプルを注入し、比較的交換容量の小さいイオン交換カラムを用いて、サンプル中のイオン種を展開、溶離後、測定系の下方に配置された電気伝導度検出器、電気化学検出器または吸光光度検出器を用いて測定する方法である。この方法は20世紀における化学的、物理的技術の成果として昨今の情報化時代にマッチし、広く化学分析の分野で受け入れられており、特に陰イオンの成分分析において、21世紀における標準分析法としての地位を確立しつつある。

ウラン鉱山からの抗廃水に係わる数多くの測定項目を迅速、かつ自動的に測定することは、排水管理の効率化や省力化の上から大変有効と考えられる。多成分同時分析ということを経験すると、異なる原理の単成分分析法のマルチチャンネル化より同一原理に基づくイオンクロマトグラフィーの自動化の方がシステムの単純化において遙かに優れている。しかしながら、イオンクロマトグラフィーの自動化は、JISへの採用から間もないことから本格的な装置はなく、現時点では受注生産的に試作が行われているに過ぎない段階にある。

以上に述べた状況を踏まえて、本調査ではイオンクロマトグラフィーを応用した鉱山抗廃水の無機成分の規制項目に対する多成分同時水質自動モニタリングシステム構築の可能性を検討した。

### 1.2 イオンクロマトグラフィーの公定法化の現状

イオンクロマトグラフィーの公定法への導入は、抗水・廃水試験方法 JIS M 0202 が比較的早く、1987年に塩化物イオンと硫酸イオンの測定法に採用している。1990年には衛生

試験法・注解で飲料水、エアゾル、雨水中の陰イオンの測定に採用され、同年、JIS K 0556 超純水の陰イオン試験方法で塩化物イオン、亜硝酸イオン、硝酸イオン、臭化物イオン、硫酸イオン、りん酸イオンの6種類の陰イオン、1991年には JIS K 0101 工業用水試験方法、1993年には JIS K 0102 工場排水試験方法で塩化物イオン、亜硫酸イオン、硝酸イオン、臭化物イオン、硫酸イオンの5種類の陰イオンと、ナトリウム、カリウム、アンモニウムイオンの3種類の陽イオンが新たなそれぞれの分析法として規格化されている。

国際的には我が国以上に公定法化は進んでおり、ISO(国際標準化機構)やEPA(米国環境保護庁)の公定法では、飲料水、地表水、土壌、工場排水および酸性雨中の陽イオンと陰イオン、遷移金属をイオンクロマトグラフィーで測定する方法が規格化されている。

### 1.3 イオンクロマトグラフィーの測定原理

イオンクロマトグラフィーに基づく装置は送液部、分離部、検出部および記録部から構成される。これは、一般的な化学分析で行われている試料採取、分離、測定、計算の4つの過程にそれぞれ対応している。分析操作は試料の一定量(2ml/l程度)を注入すると、その一定量(一例として50 $\mu$ l)が採取され、溶離液とともに分離カラムに入る。ここでイオン種は、イオン交換樹脂との親和力、イオン価数、水和イオンの大小およびファンデルワースの相互作用により分離され、除去カラムに入る。ここで溶離液中の電解質は電気伝導度検出器に入り、各イオン種の濃度に対応したクロマトグラムが記録される。

### 1.4 イオンクロマトグラフィーの測定方式

イオンクロマトグラフィーの測定方式には、基本的にはサプレッサー方式、ノンサプレッサー方式、間接吸光度方式の3方式がある。

#### (1) サプレッサー方式

この方式は、中空のスルホン酸型イオン交換チューブとそれを取り囲む外管との二重管から成り立っている。イオン交換膜の内側を溶離液が、外側を再生液が逆方向に流れ、イオン交換によって溶離液からの電気伝導度を低下させた後、電気伝導度検出器で測定する方式である。

#### (2) ノンサプレッサー方式

低交換容量のイオン交換樹脂と電気伝導度の低い溶離液を用いることにより、サプレッサーを用いずに直接電気伝導度検出器で測定する方式である。この方式はサプレッサーを用いないことからノンサプレッサー方式と呼ばれている。また、分離カラムを用いないのでシングルカラム方式とも呼ばれ、試料中の測定対象の濃度が極端に低くない場合には、システムが簡略されるメリットがある。

### (3) 間接吸光度方式

溶離液に光吸収のないあるいはまた殆ど光吸収のない無機イオンを分離カラムで分離し、無機イオンの負のピークを吸光度検出器で測定する方式である。

## 1.5 イオンクロマトグラフィーを構成するユニット

### (1) 溶離液

イオンクロマトグラフィーにおいてイオン種の分離に大きく影響する因子は、イオン交換樹脂の種類や交換容量である。溶離液の組成やpHを変えることにより保持時間を変化させることができる。溶離液の種類はカラムの種類および測定するイオン種によって異なっており、最適な溶離液を選択することが必要である。

### (2) ポンプ

イオンクロマトグラフィーにおいて使われるポンプは、分離能力を向上させるために、カラム充填剤粒子直径が小さく抑えられ密に充填されるようになったことや、分離に費やす時間を短縮するに必要な溶離液線速度を得るために、溶離液のカラム入り口の圧力は数10kg/cm<sup>2</sup>から数100kg/cm<sup>2</sup>に及ぶので、高圧に耐えかつ非金属製のもので耐食性がよく脈流の少ないダブルランジャー型のポンプが使用される。

### (3) インジェクター

試料ループ、ロータ、ステータからなる試料導入バルブを使用する。試料をバルブに導入すると50或いは100μlの一定量がサンプルループに保持され、インジェクションバルブを切り替えると試料が溶離液と共に分離カラムに入る。

### (4) 分離カラム

イオンクロマトグラフィーは、電気伝導度検出器を用いるために溶離液の濃度はできるだけ薄く、分離カラムのイオン交換体は低交換容量のものが用いられている。陽イオンの分析では、分離カラムには低交換容量のH<sup>+</sup>型の陽イオン交換樹脂が用いられ、陰イオンの分析では低交換容量のOH<sup>-</sup>型の陰イオン交換樹脂が用いられる。

### (5) 除去カラム

除去カラムは、中空のスルホン酸型イオン交換チューブとそれを取り囲む外管との二重管から成り立っている。イオン交換膜の内側を溶離液が、外側を再生液が逆方向に流れ、イオン交換によって溶離液からの電気伝導度を低下させた後、電気伝導度検出器で測定する方式である。

## (6) 検出器

一般に電気伝導度検出器，電気化学検出器，紫外・可視吸光検出器がよく用いられる。電気伝導度検出器は強電解質のイオン種を高感度で検出でき，電気化学検出器は従来電気伝導度検出器では測定できなかった $pK > 7$ の弱電解質のイオン種，たとえば $CN^-$ や $S^{2-}$ ，アルコールのような電気化学的に活性なイオン種を測定できる。紫外・可視吸光検出器は紫外部領域に吸収を持つイオン種の測定に用いられ，高濃度成分中の微量イオンの測定が可能となる。また，重金属イオンはキレート試薬と反応させて発色させることにより，紫外・可視吸収の大きい化合物に変えることができ，この原理を利用して重金属イオンはカラムで分離した後，ポストカラムリアクターで発色させて，可視吸光検出器で測定することができる。

## (7) 記録部

検出器で測定されたイオン種の電気信号は，小録記録計，インテグレーター，ワークステーションなどのデータ処理装置を用いてクロマトグラムとして記録され，測定対象イオンの濃度として算出される。

### 1.6 イオンクロマトグラフィーの応用

飲料水の陰イオン分析では塩化物イオン，亜硝酸イオン，硝酸イオン，硫酸イオン，りん酸イオン，次亜りん酸イオン，亜りん酸イオン，ほう酸，ふっ化物イオンなど，陽イオン分析ではナトリウム，カリウムイオンが報告されている。

ジスルホン酸を溶離液とした間接紫外吸光検出法で河川水や雨水中の無機陰イオン(塩化物イオン，硝酸イオン，硫酸イオン)と二価陽イオン(カルシウムイオン，マグネシウムイオン)を同時定量している。

イオンクロマトグラフィーによる金属イオンの定量は，主にポストカラム法で行われている。水中のアルミニウムイオンは陽イオン分離カラムで分離した後，4，5-ジヒドロキシー-1，3-ベンゼンスルホン酸で誘導体化して紫外吸光検出器で測定している。メッキ排水や産業廃棄物中のクロムやシアンなどの有害物質の定量にもイオンクロマトグラフィーが使われている。3価クロムイオンはEDTAと錯形成後，他の陰イオンと共に電気伝導度検出器および可視吸光検出器(波長520nm)で測定されている。

水中の遊離シアンおよび金属錯体を紫外線照射で解離させ，さらに多孔性膜で分離後，電流測定検出器で定量する方法も開発されている。雨水や土壌抽出液中のチオシアン，チオ硫酸イオン，温泉水中のチオシアン，チオ硫酸イオン，硫酸イオン，ポリチオンなどのイオンクロマトグラフィーによる定量が報告されている。

イオンクロマトグラフィーの特徴を利用して超純水中の微量陰イオン，陽イオン，シリカ，ポリりん酸などの測定例がある。JIS K 0556では超純水中の微量陰イオンの定量にはサプレッサー方式のみが規格化されているが，ノンサプレッサー方式でもppbレベル以下の塩化物イオン，硝酸イオン，硫酸イオンが定量可能であるとの報告もある。

イオンクロマトグラフィーでは，工場排水中の陰イオンを測定した例はあまり多くない。これは排水中の塩濃度が高くクロマトグラムの分離が悪くピークが重なってしまうことと，排水

中の未知成分によってカラムが劣化するためと考えられている。しかし、排水の組成がわかっている場合は試料を希釈したり、 $0.45\ \mu\text{m}$ のミリポアフィルターでろ過してから測定すればイオンクロマトグラフィーの適用が可能となるため、最近では分析化学技術の進歩によりポストカラム法を用いてコバルト、ニッケル、銅、亜鉛、カドミニウム、鉛、6価クロムなどのイオンが、またサプレッサー式で金属シアノ錯体が測定できるとの報告がある。

### 1.7 イオンクロマトグラフィーの機器メーカー

イオンクロマトグラフィーの機器メーカーとしては、我が国では日立製作所、島津製作所、東亜電波、東ソー、昭和電工、日本ダイオネックス、日本分光、ウォーターズ、横河電機、電気化学計器などが知られている。日本分析機器工業会の統計では、1993年実績で各社延べ576台との報告がある。上記の中、東ソーは分取・生化学指向、昭和電工はカラム開発指向で、その他は一般水質分析指向であると言われている。

プロセスを指向しているメーカーは、電気化学計器、横河電機と日本ダイオネックスから分析計本体を購入してシステム化している日機装があり、この分野では工業分析計専門メーカーが中心になっており、ラボの世界とは異なった世界を形成している。

### 1.8 イオンクロマトグラフィーの自動化の現状

イオンクロマトグラフィーの工業計測化は、JIS化の遅れなどもあってラボの実績に比べて、今後の開発課題とされている。特にユーザーサイドからみて装置が高価であること、メンテナンスフリーでないこと、分離分析のためレスポンスが10分から20分かかるとなると今後解決していかねばならない問題とされている。しかしながら、多くの情報を集めて、きめ細かい品質、排水、工程管理を目指して、ISO規格が産業界に浸透しつつある世界的風潮の中で、自動化への動きは比較的清浄な試料を持つ半導体業界を中心に活発である。今回の調査で明らかになった分野と我が国におけるプロセスイオンクロマトグラフ装置の実績の推定概要は次の通りである。

環境大気	8台
環境河川	3台
電力	13台
工場排水	5台
農業排水	2台
工場排ガス	1台
半導体	?台
原子力	?台

### 1.9 鉍山抗廃水の規制項目に対するイオンクロマトグラフィーの可能性

鉍山抗廃水の無機規制項目に対する抗水・廃水試験方法 JIS M 0202 に記載されている分析法の規格は、表1に示した通りである。

表1. 鉾山抗廃水の無機規制項目に対する抗水・廃水試験方法に規格化されている分析法

規制項目	許容濃度 (pH) または (mg/l)	分析法	規制項目	許容濃度 (mg/l)	分析法
水素イオン濃度	5.8~8.6	ガラス電極法	全リン 注3)	10	ペルマンニウム二硫酸カリウム分解法, 硝酸・過塩素酸分解法, 硝酸・硫酸分解法
銅含有量	3	ジチオチオカルバミン酸吸光光度法, 原子吸光法, ICP	カドミウム	0.1	ジチオ吸光光度法, 原子吸光法, ICP
鉄含有量	10	ニクロム酸カリウム滴定, フェントリン吸光光度法, 原子吸光法, ICP	シアン 注4)	1	4-ピリジカルボン酸-ピリジン法, イオン電極法
亜鉛含有量	5	ジチオ吸光光度法, 原子吸光法, ICP	鉛	0.1	ジチオ吸光光度法, 原子吸光法, ICP
マンガン含有量	10	過ヨウ素酸吸光光度法, 原子吸光法, ICP	砒素	0.1	ジチオチオカルバミン酸吸光光度法, 原子吸光法
クロム含有量	2	ジフェニルカルバジド吸光光度法, 原子吸光法, ICP	水銀	0.005	ジチオ吸光光度法, 還元及加熱気化原子吸光法
ふっ素含有量 注1)	15	ランタンアリザリオンフレイク吸光光度法, イオン電極法	6価クロム	0.5	ジフェニルカルバジド吸光光度法, 原子吸光法, ICP
全窒素 注2)	120	総和法, 紫外吸光光度法, 硫酸ヒドラジウム還元法, 銅・ガモシウム還元法, 熱分解法			

注1)から4): 抗水・廃水試験方法に測定項目が規格化されていないので, 工場排水試験方法の規格を転載。

注5) : ウラン, ラジウムは放射能測定が標準のため除外した。



公定法からみた鉍山抗廃水の無機規制項目の連続多成分同時モニタリングシステムの構築は、ICPを用いて銅、鉄、亜鉛、マンガン、クロム、カドミウム、鉛などで可能性があると思われるが、ICPでは連続分析とコストパフォーマンスの観点で、その実現には難点があるように思われる。

鉍山抗排水の無機規制項目に対するイオンクロマトグラフィーの可能性を表2に示す。

表2. 鉍山抗廃水の無機規制項目に対するイオンクロマトグラフィーの可能性

規制項目	検出器	許容濃度(mg/l)	検出下限(S/N比3) 推定値 (mg/l)	可能性・その他
銅, 鉄, 亜鉛, マンガン, クロム, カドミウム, 鉛	吸光光度検出器	3, 10, 5, 10, 2	0.1, 0.02, 0.001	可, ホストカム法, カド(6 <sup>+</sup> )
シアン	電気化学検出器	1	0.005	可, ホストカム法
砒素	吸光光度検出器	0.1	?	可, 亜硫酸二酸化
水銀		0.005	—	不可
水銀イオン	ガラス電極検出器		—	不可
全窒素	電気伝導度検出器	220	0.1(NH <sup>4+</sup> ) 2(NO <sup>3-</sup> )	可, NH <sup>4+</sup> , NO <sup>3-</sup> として
全りん	電気伝導度検出器	10	0.5	可, HPO <sup>2-</sup> として
ふっ素	電気伝導度検出器	15	0.5	可

以上に示したように、鉍山抗廃水の無機規制項目の中、銅、鉄、亜鉛、マンガン、クロム、カドミウム、鉛、シアン、砒素、全窒素、全りん、ふっ素など12成分は、文献調査上からはイオンクロマトグラフィーで基本的には定量可能と思われる。また、鉍山抗廃水の無機規制項目を対象としたイオンクロマトグラフィーにおける許容濃度に対する感度は、文献調査上からは何れの項目に対しても十分な感度を有するものと推察されるが、イオンクロマトグラフィーにおいては、その感度は試料の組成に大きな影響を受け、絶対的な感度というものは明らかにできないので、正確には実試料に近い試料組成に基づいて、実験的に定めなければならない。なお、ウランはウラニルイオンに転換して電量検出器で測定可能との報告もある。

#### 1. 10 鉍山抗廃水の規制項目に対するイオンクロマトグラフィーを用いた多成分同時連続モニタリングシステムの開発における技術的課題

以上に述べたように、鉍山抗廃水の規制項目に対するイオンクロマトグラフィーを用いた多成分同時連続モニタリングシステムの構築は、技術的に可能であると思われる。しかしながら、このシステムは表2で明らかなように、測定項目に対して1つの検出器で対応できず、吸光光度検出器、電気化学検出器、電気伝導度検出器を用いる3チャンネルとなるので、システムはかなり大規模なものになるものと予想される。したがって、鉍山抗廃水の規制項目に対するイオンクロマトグラフィーを用いた多成分同時連続モニタリングシステム開発における技術的課

題としては、コストパフォーマンスの良いシステムを実現するために、省資源、省力、メンテナンスフリー、省スペース、環境への負荷の低減、測定精度の向上などを旨として、システムの小型化、分離カラムなど構成部品のマイクロ化をいかにして達成するかということが、最も重要な技術的課題になると思われる。

また、装置の稼働率をあげるため、限外ろ過前処理装置や測定値をできるだけ真値に近づけるための試料分解装置、測定値の信頼性確保のための自動校正装置などの開発も解決していかねばならない重要な課題である。場合によっては、濃縮装置による高感度化も考慮しなければならない。一方、測定結果の記録もバリデーション対応とするために、PCソフトの工夫も必要とされるであろう。

## 2 イオンクロマトの現場設置と連続使用

前述のように、各種金属などの測定に、イオンクロマトグラフ法を採用することは、原理上可能である。しかし、現場の試料を自動的に採取し、連続的に測定を継続するためには、試料の前処理をも合わせて自動化する必要がある。

これらの観点から、鉍山坑廃水の水質自動モニタリングシステム実現の可能性を検討する。

### 2. 1 現場設置型イオンクロマトグラフ

1980年代末頃から、イオンクロマトの有用性を生かして、ボイラー水や工場排水、河川水などの各種成分を現場設置のイオンクロマトを用いて、全自動分析する試みが開始された。これらは、通常、実験室で使用しているイオンクロマトグラフを、堅牢なキュービクルに収納し、エアパージを実施するなどして、劣悪な設置環境にも耐える条件を作り出している。このように、設置環境対策を行うことで、実験室で行われている、カラムを用いた濃縮等の高度な処理を含む自動測定システムも、現場設置が可能となっている。

現場設置型イオンクロマトグラフは、その黎明期には、現場の実試料には、固形分を含むなどの悪条件を克服するためさまざまな改良を重ねた経過が認められる。このような現場設置型イオンクロマトのカタログ例を添付する。

物理的悪条件は、計器の配管閉塞やカラムの劣化として現れる。これらを克服するための一つの手段として、試料をろ過して分析に供することが挙げられる。現在稼働中の現場設置型イオンクロマトグラフには、ろ紙を用いたろ過機構の他、限外ろ過機構を装備したものもある。現場設置型イオンクロマトとして、初期の段階に設置されたものも、これらの付加機能を装備することで、現在では、およそ2週間毎のメンテナンスで、稼働中である。

試料中の固形物に測定対象物が含まれることもある。金属を測定する場合、その酸化物や水酸化物が、固形分として存在することは十分考えられる。溶存イオンの測定であれば、前述のようにろ過することに何等問題はなく、むしろろ別することが求められる。しかし、排水規制は溶存イオンではなく、対象成分のトータル量を規制するものである。このため、本調査の目的とする水質自動モニタリングシステムでは、試料中に存在する金属の酸化物や水酸化物などを分解し、イオン化したうえで測定することが求められる。これらの処理は、JIS等の規定では、酸を添加して煮沸することとされている。今回調査した限りでは、このような前処理機構を装備した現場設置型イオンクロマトグラフ

が稼働している例は認められなかった。また、そのような試みが行われた例も無いようである。後述するように、吸光光度法などの測定手法による現場設置型自動分析装置では、酸添加の上煮沸したり、蒸留操作を行うなどの前処理機構を備えたものも市販され、実用稼働状態にある。

これらの、前処理機構を試料の状況に合わせて組み合わせ、イオンクロマトと連動させることで、鉱山坑廃水中の目的成分を正しく且つ安定して自動測定を行うことは十分可能であろうと考える。

なお、本調査に当たっては、測定対象は鉱山坑廃水と想定しているが、ここまで述べた稼働実績などでは、工場排水や河川水などを測定対象としており、今回対象となる試料より、条件は悪いと思われる。この意味で、試料の物理的条件を緩和して、イオンクロマトに導入し、より安定した測定が行えるものと考ええる。

河川水中のシアンを全自動で測定している現場設置型イオンクロマトの仕様書を添付する。

## 2. 2 前処理機構

試料の前処理は、以下の2種に区分される。

第一は、分析計内の配管などを閉塞する恐れのある試料中の固形物をろ別する物理的処理であり、第二は測定上妨害となる成分を除去したり、錯体などそのままでは分析しにくい形態で存在する成分を分解する化学的処理である。イオンクロマトによる水質自動モニタリングシステムを実現する上では、両者とも欠くことのできない要素である。

これらの前処理機構も、種々の分析計の付加機構として市販されている。水質自動モニタリングシステムを実現する上で必要と考えられる前処理機構について述べる。

### 2. 2. 1 ろ過装置

添付資料「前処理の自動化」に記載されているように、ろ過機構としては、砂ろ過、ろ過筒、ろ紙フィルター等が実用化されている。

#### (1) 砂ろ過

砂ろ過機構は、河川水や、工場排水の最終放流段階などの比較的清澄な試料

で多くの実用例がある。原則として、連続的な試料の供給が可能であり、用途は広い。しかし、ろ別できる粒径は比較的大きく、イオンクロマトのカラム汚染防止用としては難点がある。使用するとすれば、次段のろ過機構の負荷低減を目的としての一次ろ過装置としての採用となろう。

## (2) ろ過筒

円筒状のろ材に、試料を通液し、このろ材から侵出するろ液を分析計に供給するものである。試料の大部分は、円筒内を通過するため、ろ材に対する負荷は、分析計で使用する（共洗いを含む）試料量のみである。また、円筒内を流通する試料流量（流速）を大きくとることで、内壁の自浄作用を持たせることができ、メンテナンス頻度を低減できる。

この機構は、製鉄所の、鋼板酸洗液（錆落としなどの目的で、鋼板を塩酸で洗浄する工程の処理液であり、酸化鉄などの固形分を多く含む。）を自動分析する滴定装置の前処理用として多く採用されている。ろ別可能な粒径は $10\mu\text{m}$ 程度である。

イオンクロマトへの導入直前の処理としては、ろ別能力がやや不足する。これも次段のろ過機構の負荷低減を目的としての一次ろ過装置としての採用となろう。

## (3) ろ紙フィルター

ロール状のろ紙を用い、ろ過動作を行う毎に、ろ紙を1ピッチ移動させ、常に新しいろ過面を用いてろ過する機構である。ろ紙を用いるため、ろ紙の選定によって、ろ別能力が決定される。通常実験室でイオンクロマトに導入する試料をろ過している $0.45\mu\text{m}$ 程度のろ過も可能である。

現在稼働中の現場設置型イオンクロマトも多くはこのろ過機構を装備している。

## 2. 2. 2 加熱処理

鉱山坑廃水の監視の主眼は、金属類となるものと想定される。JIS等には、金属元素測定の前処理方法として、以下が規定されている。

(1) 塩酸または硝酸酸性で煮沸（有機物や懸濁物質が極めて少ない試料に適用）

- (2) 塩酸または硝酸による分解（有機物が少なく，懸濁物質として水酸化物，酸化物，りん酸塩などを含む試料に適用）
- (3) 硝酸と過塩素酸とによる分解（酸化されにくい有機物を含む試料に適用）
- (4) 硝酸と硫酸とによる分解（多種の試料に適用可能）
- (5) 灰化による分解（450～500℃で揮散しない金属元素を含む試料に適用）

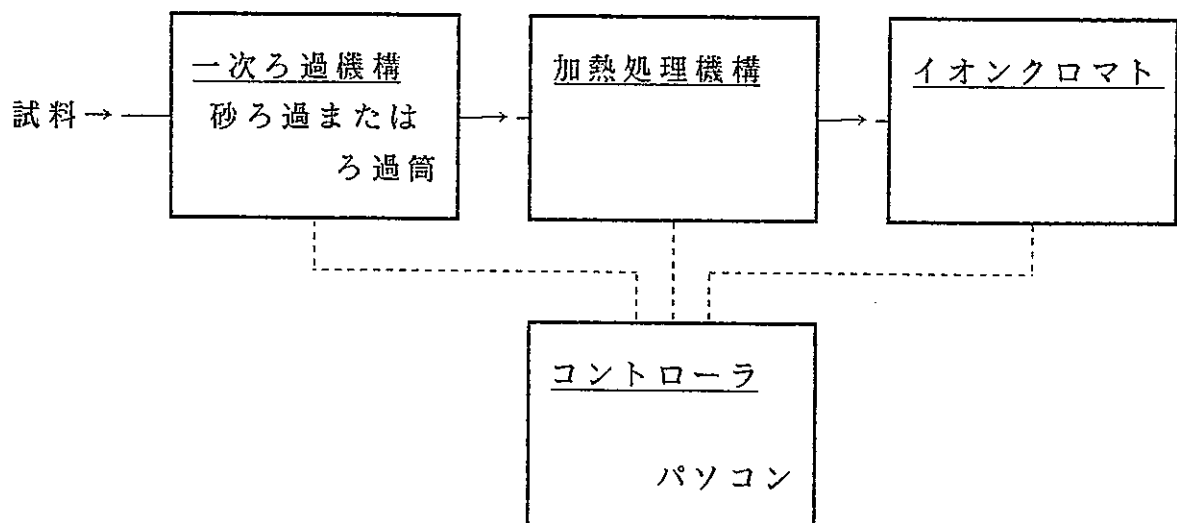
これらのうち，(3)，(4)及び(5)項は，過塩素酸白煙や硫酸白煙が生じるまでの加熱または蒸発乾固が必要で，これらの処理を自動化した例は見当たらなかった。

しかし，(1)及び(2)項の自動化については，添付資料「前処理の自動化」に記載された『加熱反応ユニット（加圧用）』や『蒸留器』の応用によって実現可能であると判断する。蒸留器を組み込み，前処理としての蒸留操作を行って，吸光光度法でシアンを全自動測定する計器のカタログを添付する。

ここで，前処理方法の選定が大きなポイントとなるものと考えられる。前記の通り，前処理方法は，数種あり，試料に適したものを選定する必要がある。これに対して，前処理の自動化は，すべての方法に対して実現可能とは言い難い。鉱山坑排水の測定と考えると実現可能な範囲の前処理で対処できるものと期待されるが，実試料レベルでの確認作業が必要であろう。

### 2. 2. 3 イオンクロマト用の前処理

ここまで述べた前処理機構を組み合わせて，試料の前処理を行い，イオンクロマトに導入することを考えると，全体としては以下のようなシステムとなる。



### 3 添付資料

イオンクロマトグラムの例

カタログ 「プロセスイオンクロマトグラフ XIC-1000シリーズ」

仕様書 「全自動シアン測定装置」

技術資料 「前処理の自動化」

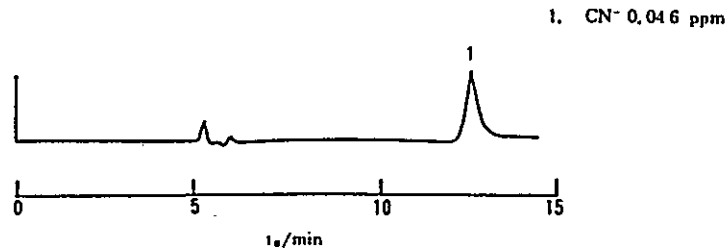
カタログ 「全シアン測定装置」

### 4 文献

- (1) JIS K 0102-1993, 工場排水試験方法, 日本企画協会
- (2) 飯田睦子, 工業用水, 410, 66 (1992)
- (3) 武藤義一他, イオンクロマトグラフィー, 共立出版
- (4) JIS K 0127-1992, イオンクロマトグラフ分析通則, 日本企画協会
- (5) J. S. Fritz他, (斉藤絃一訳), イオンクロマトグラフィー, 産業図書
- (6) 南原利夫, 池川信夫編著, 最新高速液体クロマトグラフィー(理論編), 広川書店
- (7) 及川紀久雄他, ぶんせき, 1994, 2, 111
- (8) 日本分析化学会, イオンクロマトグラフィー研究懇談会編, イオンクロマトグラフィーデータブック
- (9) E. J. Arar et al, J. Chromatoqr., 546, 335 (1991)
- (10) D. Chanbaz et al, J. Chromatoqr., 600, 203 (1992)
- (11) S. S. Goyal et al, J. Chromatoqr., 537, 269 (1991)
- (12) 浜田尚樹他, 工業用水, 401, 45 (1992)

## 参考資料 イオンクロマトグラムの例

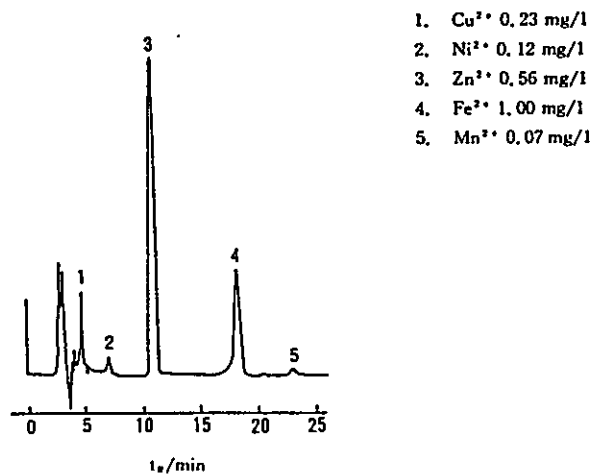
めっき工場排水中のポストカラム法による  
シアン化物イオンの定量



### 【測定条件】

装置: IC 500    カラム: PCS 5-052+SCS 5-252    溶離液: 2 mM オルトリン酸  
流量: 1 ml/min    反応液: 50 mM 水酸化ナトリウム    流量: 1 ml/min  
カラム温度: 45°C    検出器: 電気化学検出器    試料注入量: 100  $\mu\text{l}$

マウス腎臓中の重金属イオンの分析



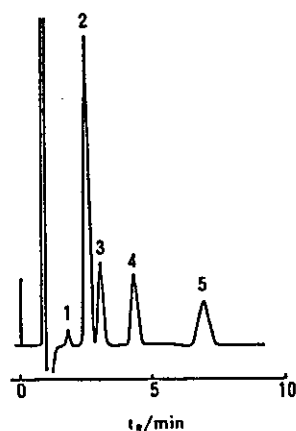
### 【測定条件】

装置: ICA-3000    重金属分析システム    カラム: PCI-303 (25 cm  $\times$  4.6 mm I. D.)  
溶離液: 0.06 クエン酸, 0.1 M 硝酸ナトリウム (pH 3.2)    流量: 1.2 ml/min  
反応試薬: 100 mg/l PARNa, 40g/l 炭酸ナトリウム    流量: 0.6 ml/min  
検出器: 可視吸光検出器 (530 nm, 0.125 AU F. S)    試料注入量: 100  $\mu\text{l}$



## 参考資料 イオンクロマトグラムの例

### 工場排水中の陰イオンの分析

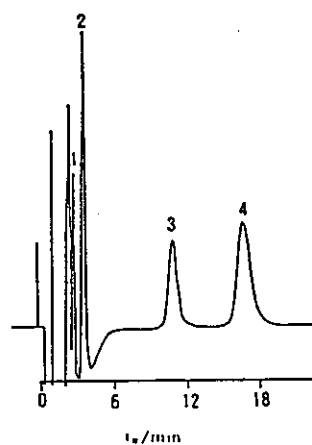


1.  $F^-$  1.06 mg/l
2.  $Cl^-$  22.3 mg/l
3.  $NO_2^-$  11.0 mg/l
4.  $NO_3^-$  11.6 mg/l
5.  $SO_4^{2-}$  11.1 mg/l

#### 【測定条件】

装置：ICA-3000 イオン分析システム II (CD 法)      カラム：PCI-201 S (10 cm 4.6 mm I. D.)  
溶離液：2.5 mM フタル酸, 2.4 mM トリスバッファ (pH 4.0)  
流量：1.5 ml/min      カラム温度：42°C      検出器：電気伝導度検出器 (6.4  $\mu$ S/cm F. S.)  
試料注入量：20  $\mu$ l

### 点滴液中の無機陰イオンの分析



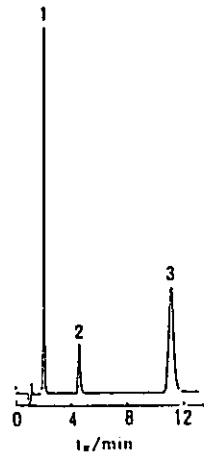
1.  $HCO_3^-$
2.  $Cl^-$  2.5 ppm
3.  $HPO_4^{2-}$  7.1 ppm
4.  $SO_4^{2-}$  7.0 ppm

#### 【測定条件】

装置：SC-8010, CCPD, CM-8010, (C)-8011      カラム：TSKgel IC-Anion-PW (5 cm x 4.6 mm I. D.)  
溶離液：1.3 mM グルコン酸ナトリウム, 10% アセトニトリル, 1.3 mM ホウ砂, 0.5% グリセリン, 30 mM ホウ酸      流量：1.2 ml/min  
カラム温度：40°C      検出器：電気伝導度検出器 (2  $\mu$ SFS)      試料注入量：100  $\mu$ l

## 参考資料 イオンクロマトグラムの例

### 水道源水中の陰イオンの分析

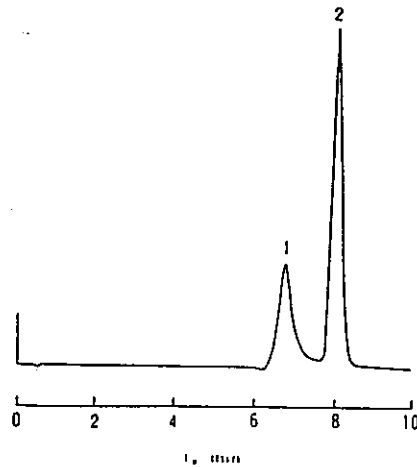


1.  $\text{Cl}^-$  6.8 ppm
2.  $\text{NO}_3^-$  5.3 ppm
3.  $\text{SO}_4^{2-}$  15.2 ppm

#### 【測定条件】

装置 : Dionex 2000 i      カラム : Ion Pac AG 9, Ion Pac AS 9      溶離液 : 2 mM 炭酸ナトリウム, 0.75 mM 炭酸水素ナトリウム      流量 : 2.0 ml/min      除去法 : 0.025 N 硫酸      流量 : 3 ml/min      カラム温度 : 室温      検出器 : 電気伝導度検出器 (30  $\mu\text{S}/\text{cm F. S}$ )      試料注入量 : 50  $\mu\text{l}$

### ポストカラム法によるケイ酸イオン、オルトリン酸イオンの同時分析



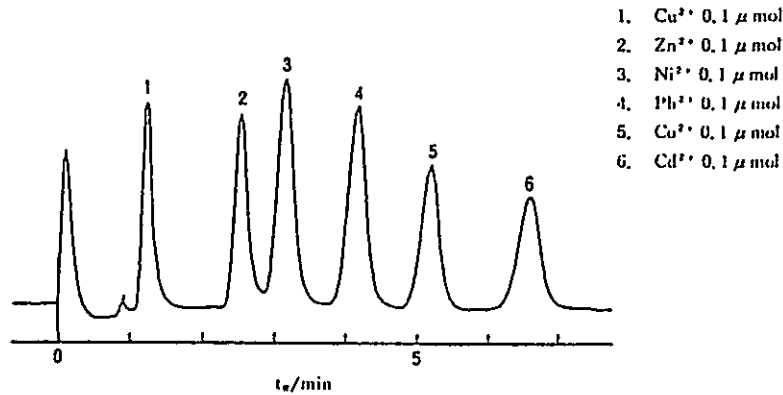
1.  $\text{PO}_4^{3-}$  5 ppm
2.  $\text{SiO}_3^{2-}$  5 ppm

#### 【測定条件】

装置 : IC 500, LC 100 P      カラム : PCS 5-052+SCS 5-252      溶離液 : 1 mM 硫酸      流量 : 1 ml/min      反応液 : 100 mM モリブデン酸ナトリウム/0.1 mM 硫酸      流量 : 0.5 ml/min      カラム温度 : 45°C      検出器 : 紫外吸光検出器 (370 nm)      試料注入量 : 100  $\mu\text{l}$

## 参考資料 イオンクロマトグラムの例

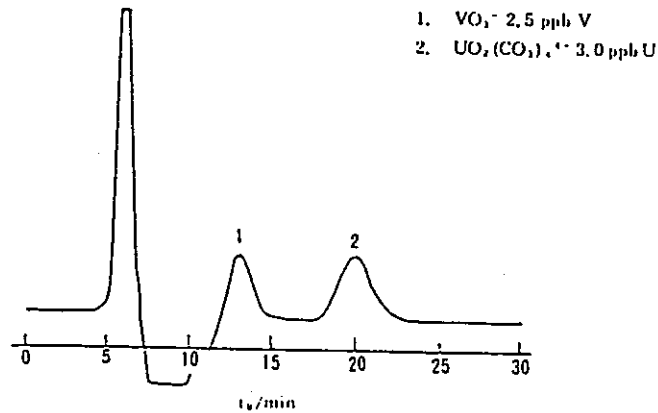
### 2 価金属イオンの分析



#### 【測定条件】

装置：L 6000 カラム：#2618 (90 mm×6 mm I. D.) 溶離液：0.4 M 酒石酸ナトリウム, 0.03 M 塩化ナトリウム (pH 3.65) 流量：1.22 ml/min  
カラム温度：50°C 検出器：電量検出器 (630-C) 試料注入量：10  $\mu\text{l}$

### 海水中のバナジン酸イオン、炭酸ウラニルイオンの分離分析



#### 【測定条件】

装置：L-6000 形液体クロマトグラフ カラム：#2632 (100 mm×9 mm I. D.)  
溶離液：0.1 M 炭酸ナトリウム, 0.03 硫酸水素ナトリウム, 0.1 M 炭酸水素ナトリウム, 0.5 M 塩化ナトリウム 流量：1.0 ml/min カラム温度：室温 検出器：電量検出器 (630-C) 試料注入量：800  $\mu\text{l}$

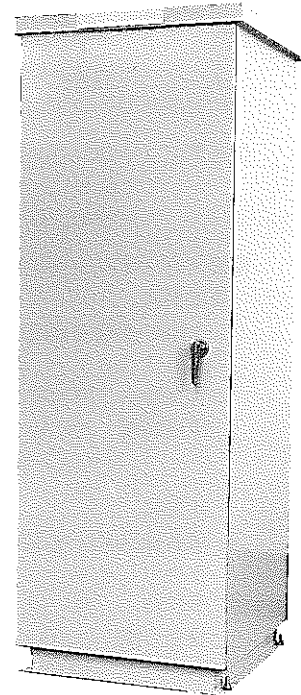
本装置は、プロセス液中のイオン成分をイオンクロマトグラフ法で、測定するものです。装置は、制御部と分析部で構成されています。制御部は、マイクロコンピュータシステムで、分析動作の制御・データ処理を行います。分析部は、電磁弁・反応槽などから構成されており、実際の分析動作をおこないます。

### 特 長

- 希釈でも濃縮でも可能です。  
試料に応じて、どちらか一方を選べます。
- 多項目の分析ができます。  
10項目まで取り扱えます。  
ただし、伝送出力は8項目までとなります。
- 豊富な経験があります。  
プロセスタイトレータ・フォトメータで培った経験が生きています。
- 操作が簡単です。  
キーボード操作を少なくしています。
- データ処理が充実しています。  
日報・週報・月報が自動作成されます。

### 標準仕様

製 品 名：プロセスイオンクロマトグラフ  
 型 名：XIC-1000  
 測 定 方 式：プロセス液中のイオン成分  
                   陰イオンまたは陽イオン（ご指定ください）  
 測 定 方 式：イオンクロマトグラフィー  
 検 出 器：電気伝導度またはUVまたは示差屈折率  
 測 定 点 数：1～4（ご指定ください）  
 測 定 周 期：最大999分  
 測 定 範 囲：％から、ppmまでご相談ください。  
                   必要に応じて、希釈器または濃縮器を装備します。  
 表 示：液晶（オプションでCRT）  
 設 置 場 所：屋内設置  
                   周囲温度：20～30℃  
                   周囲湿度：85%RH以下（結露しないこと）  
                   直射日光を避けて設置してください。  
                   腐食性ガス・ダストなどの影響のない場所



ユーティリティ：サンプル

圧力：0.1～2.0kgf/cm<sup>2</sup>G  
 流量：0.2～2.0ℓ/min  
 温度：10～40℃

純水：圧力0.6～1.0kgf/cm<sup>2</sup>G

計装用空気

圧 力：4～7kgf/cm<sup>2</sup>G  
 通常使用量：1Nℓ/min  
 パージ使用量：4Nℓ/min

電 源

AC100V±10V 50/60Hz 1KVA

接 地

第3種接地以上

ドレイン

大気圧開放（配管に立ち上がりがないこと）

### 測定原理

試料を前処理後、インジェクターに送液し計量します。つぎにサンプルインジェクターを切り替えて、溶離液で試料を分離カラムに送ります。分離カラムのあとで、導電率を測定し、予め求めておいた検量線にあてはめて、それぞれの濃度を計算します。  
 前処理としては、希釈と濃縮を選択できます。

製 品 名  
型 名  
目 次

# 全自動シアン測定装置

X I E - 1 1 0 0

1. 概 要
2. 測定原理
3. 装置の構成および仕様
4. 測定範囲および精度
5. ユーティリティ
6. 運転モード
7. 入出力信号
8. 異常時対策
9. 付属品
10. 設置場所雰囲気
11. 保証

1. 概要	測定成分： シアン化物イオン (CN <sup>-</sup> ) 測定方法       :   イオンクロマトグラフ法 測定流路       :   1
	<p>本装置は、河川水中のCN<sup>-</sup>をイオンクロマトグラフ法で測定するものです。装置は、前処理部と分析部及び制御部で構成されています。制御部は、ファクトリーコンピューターシステムで、分析動作の制御・データ処理などを行います。分析部は、電磁弁・カラム・検出器などから構成され、実際の分析動作を行います。</p>
2. 測定原理	<p>試料をろ過した後、インジェクターに送液して200μl計量します。次にインジェクターを切り替えて、溶離液で試料を分離カラムに送ります。分離カラムのあとで、pHを調整し、電気化学検出器で検出します。</p>
3. 装置の構成 及び仕様	<p>3.1 本体</p> <p>3.1.1 制御部</p> <p style="padding-left: 40px;">FC-9801シリーズ</p> <p style="padding-left: 40px;">CPU=80386,クロック=16MHz,メモリ=1.6MB</p> <p style="padding-left: 40px;">3.5インチフロッピーディスクドライブ,ハードディスク 40MB</p> <p style="padding-left: 40px;">ディスプレイ=640×400ドット,7チカラRGB 16色表示</p> <p style="padding-left: 40px;">日本語レーザープリンター ;用紙=A4,給紙=約200枚</p> <p>3.1.2 測定部</p> <p style="padding-left: 40px;">分離カラム       : 陰イオン交換樹脂</p> <p style="padding-left: 40px;">サンプルインジェクター   : 6方バルブ</p> <p style="padding-left: 40px;">送液ポンプ       : ダブルプランジャー方式</p> <p style="padding-left: 40px;">検出器           : 電気化学検出器(銀)</p> <p style="padding-left: 40px;">恒温槽           : 空気恒温槽(30℃)</p>

## 出力信号

出力信号：RS232C (オプション)

測定結果・異常内容などを送信します。

アナログ伝送出力 (オプション)

測定結果に対応した、DC4-20mAの電流を出力します。4mAおよび20mAは、設定された測定レンジのフルスケールに対応しています。

伝送アンプ：DC4-20mA、絶縁型

信号は、新しい結果が出るまで、ホールドされます。

警報出力 (オプション)

濃度異常

上限・下限の設定値を越えたとき、出力されます。

異常時：“閉”接点

接点容量：20VA、

(AC110V以下)

一括警報

検量線異常・電源断のとき接点信号を出力します。

異常時：“閉”接点

接点容量：20VA、

(AC110V以下)

## DKK 電気化学計器株式会社

営業本部 〒180 東京都武蔵野市吉祥寺北町4-13-14 ☎(0422)55-1321  
営業1課 ☎(0422)55-1324 営業3課 ☎(0422)55-1328 営業5課 ☎(0422)55-7281  
営業2課 ☎(0422)55-1326 営業4課 ☎(0422)55-1320 営業企画課 ☎(0422)55-1335  
本社・本社工場 〒180 東京都武蔵野市吉祥寺北町4-13-14 ☎(0422)53-5111  
東京工場 〒207 東京都東大和市桜が丘2-84-2 ☎(0425)63-5551  
大阪支社 〒530 大阪府北区南森町1-4-19 サウスホレストビル ☎(06) 312-9736  
茨城営業所 〒312 茨城県勝田市東石川2-14-12 東石川ビル ☎(0292)75-7271  
千葉営業所 〒290 千葉県市原市五井2907 エイコービル ☎(0436)21-9322  
神奈川営業所 〒210 神奈川県川崎市川崎区宮本町6-1 高木ビル ☎(044)244-4781  
静岡営業所 〒416 静岡県富士市蓼原85-7 ソフィアビル ☎(0545)62-4140  
名古屋営業所 〒460 名古屋市中区大須4-16-16 名探第2記念ビル ☎(052)264-0702  
岡山営業所 〒712 岡山県倉敷市神田1-5-22 旭ビル ☎(0864)44-2995  
広島営業所 〒730 広島市中区上八丁堀7-5 ビロティヒロシマビル ☎(082)223-4811

四国営業所 〒760 高松市磨屋町5-9 プラタ59 ☎(0878)22-7322  
九州営業所 〒802 福岡県北九州市小倉北区若富士町1-10 アサヒビル ☎(093)941-1711  
長崎事務所 〒850 長崎市西山町3-191-10 ☎(0958)26-5188  
大分事務所 〒870-01 大分市鶴崎2020-3 ☎(0975)27-3039

取扱店

4. 測定範囲 および精度	<p>異常時採水器 (=異常試料保存庫) ： 1 ℓ 瓶 10 本、(外付け) ラインフィルター： 溶離液用 2 μ m</p> <p>3.1.3 塗装色 ライトグレー (マンセル 5 Y 7 / 1)、耐酸塗装</p> <p>3.2 前処理部 砂ろ過装置： 2 筒自動逆洗方式 (外付け) ろ紙フィルター： 吸引ろ過方式、ロール状ろ紙 限外ろ過ユニット： 分画分子量 = 3,000,000</p> <p>3.3 空気圧縮機 (外付け) 圧力： 4 - 5 k g / c m<sup>2</sup> 出力： 0. 2 k W 電源： A C 1 0 0 V, 6 0 H z 通常使用量： 1 N ℓ / m i n</p> <p>3.4 その他 バックアップ電源： 1 k V A、5 分間 廃液タンク： 2 0 ℓ × 3 本</p> <p>4.1 測定範囲 : 0 - 0. 1 m g / ℓ</p> <p>4.2 測定精度 再現性 : フルスケール (0. 1 m g / ℓ) の ± 5 % 以内 (ただし、0. 0 8 m g / ℓ 付近で確認) 直線性 : フルスケール (0. 1 m g / ℓ) の ± 5 % 以内</p>
------------------	---



5. 設置条件	<p>5.1 試料水</p> <p>圧力 : 0.5 - 2.0 kg/cm<sup>2</sup> 流量 : 2 - 10 l/min 温度 : 0 - 30℃ (凍結しないこと) 接続口 : 20A 仕切弁、ねじ込み接続により砂ろ過装置まで配管。</p> <p>5.2 供給水 : 砂ろ過装置洗浄用水等</p> <p>圧力 : 0.5 - 5 kg/cm<sup>2</sup> 流量 : 2 - 10 l/min 濁度 : 20度以下</p> <p>5.3 電源および信号線</p> <p>AC100V±10V, 60Hz, 2kVA 電源ケーブル : CV2mm<sup>2</sup> × 2C 信号ケーブル : CVVS 1.25mm<sup>2</sup> × 6C 接地線 : E2mm<sup>2</sup>, 第3種接地以上 (接地抵抗値100オーム以下)</p> <p>5.4 試料排液</p> <p>大気圧開放 (配管に立ち上がりがないこと)</p> <p>5.5 試薬廃液</p> <p>廃液タンク (20l × 2) に保存。点検時交換。</p>
6. 運転モード	<p>6.1 自動運転 (= 試料測定)</p> <p>任意設定された測定周期で、サンプルを測定します。測定周期は10分から1440分まで設定できます。スタートスイッチで開始、ストップスイッチで停止できます。ストップスイッチは、ご操作防止のため、1秒間以上押して有効となります。</p>

## 6.2 校正

標準液校正を行います。つぎの3種類があります。

### 6.2.1 自動校正

設定された周期で、自動運転中に行います。

前回のRT（保持時間）の近傍でピークを探します。

RTと検量線傾き（CALIB）両方の書換、または、RTだけの書換が選択できます。標準液濃度は、前回の手動校正（1）で設定されたものを使用します。

### 6.2.2 手動校正（1）

メニュー選択方式で、条件設定も含めて詳細に行います。

### 6.2.3 手動校正（2）

校正スイッチが押されると、自動校正と同じ動作を1回だけ行います。

## 6.3 手動測定

ピーカーなどのマニュアルサンプル測定を行います。  
マニュアル測定スイッチが押されると行います。

## 6.4 測定記録

測定結果は、プリンターで印字されます。クロマトグラムを印字するかどうかの選択は、自動運転の条件設定で行います。また、日報・月報・年報を印字できます。

日報： 時刻、測定値、最大値、最小値、平均値

月報： 日、日平均値、日最小値、日最大値、  
月平均値、月最小値、月最大値

年報： 月、月平均値、月最小値、月最大値  
年平均値、年最小値、年最大値

7. 入出力信号	<p>6.5 データセーブ 測定結果をテキストファイルとして保存します。 これらのデータは、フロッピーにコピーできます。 (LOTUS 123などへの取り込みは、LOTUS側でマクロを組んでおこなう必要があります。)</p> <p>6.6 クロマトグラム記憶 異常時および保守時のクロマトグラムは、ハードディスクに保存されます。但し、最大20点まで。 また、通常測定 of データも20点保存します。 これらのデータは、フロッピーにコピーできます。</p> <p>6.7 表示ランプ つぎのような表示ランプが運転状態を示します。 電源 = 電源ONのとき点灯します。 自動運転中 = 自動運転中に点灯します。 待機中 = 待機状態のとき点灯します。 校正中 = 校正中に点灯します。 濃度異常 = 測定結果が異常値のとき点灯します 正常値で自動的に消灯します。 装置異常 = 装置異常出力信号が出ているとき 点灯します。 保守中 = 保守中スイッチがONのとき点灯し ます。 高濁度 = 高濁度信号入力時点灯します。 濃度上々限 = 濃度高が2回続いたとき点灯します</p>
	<p>7.1 入力接点信号</p> <p>7.1.1 高濁度警報信号(無電圧、接点信号) 試料水の濁度が高いとき、試料吸引を中止し、装置を待機状態とします。高濁度信号が切れると、自動運転を最初からおこないます。</p>

<p>8. 異常時対策</p>	<p>異常時（高濁度時）： 接点＝閉 接点定格： 0.2A DC24V 以上</p> <p>7.2 外部接点出力</p> <p>7.2.1 濃度高（または、シアン検出） 設定値を越えたとき、出力されます。正常値になると、自動的に解除されます。 異常時：接点＝閉 接点定格：1A、AC110V以下</p> <p>7.2.2 装置異常 検量線異常・ポンプ圧力異常・電源断・圧縮空気圧力低下・原水断・試料水断・ろ紙断のとき、接点信号を出力し内容を印字します。 異常時：接点＝閉 接点定格：1A、AC110V以下</p> <p>7.2.3 保守中 作業者が装置の点検及び整備を実施するときに手動スイッチを操作すると出力されます。 保守時：接点＝閉 接点定格：1A、AC110V以下</p> <p>8.1 濃度高時 設定値を越えたとき、試料を保存します。1回の濃度高警期間において2本まで保存します。保存容器は、10本です。保存した場合は、プリンターに 時刻、測定値、保存容器番号を印字します。 保存する容器は、1番から順に10番まで使用されます。10番になると保存動作を停止します。容器番号</p>
-----------------	---

リセットスイッチが押されると、1番の容器から保存可能となります。

容器番号リセットスイッチ；保存する容器番号を1番に戻します。

保存容器 = 1 L，保存容量 = 約 750 mL

#### 8.2 停電対策

(瞬停時 = 1分以内の停電)

バックアップ電源により、分析動作を継続します。

(停電時)

1分間以上の停電では、動作を停止し、コンピューター関係の退避動作に入ります。

(復電時)

自動運転中であつた場合には、停電前の条件で再開します。

自動運転以外の場合は、待機します。

時刻と内容を印字し、トラブルデータベースに記録します。

#### 8.3 圧縮空気圧力低下対策

動作を停止し、警報を出力します。

時刻と内容を印字し、トラブルデータベースに記録します。

#### 8.4 高濁度対策

高濁度警報信号が入力すると、試料ろ過を中止し、装置は待機状態に入ります。(7.1.1参照)

時刻と内容を印字し、トラブルデータベースに記録します。

#### 8.5 試料水断対策

動作を停止し、警報を出力します。時刻と内容を印字

- し、トラブルデータベースに記録します。
- 8.6 原水断対策  
動作を停止し、警報を出力します。時刻と内容を印字し、トラブルデータベースに記録します。
- 8.7 ろ紙断対策  
動作を停止し、警報を出力します。時刻と内容を印字し、トラブルデータベースに記録します。
- 8.8 警報リセット  
警報解除スイッチ（ACK）を押すと、装置異常信号をリセットします。
- 8.9 有効測定率  
保守中スイッチがONになると、次式による計算をおこない、データベースに記録します。通年の有効測定率は、データベースをもとに計算できます。

$$\text{有効測定率} = (T1 - T3) / (T1 - T2)$$

T1；保守中スイッチがOFFの時間

T2；停電時間、原水断時間、高濁度時間の合計

T3；装置異常時間の合計

## 9. 付属品

(標準)

ロール状ろ紙	.....	2個
ラインフィルター	.....	5個
限外ろ過膜	.....	2枚
ガードカラム	.....	2本
分離カラム	.....	2本

電気化学計器株式会社

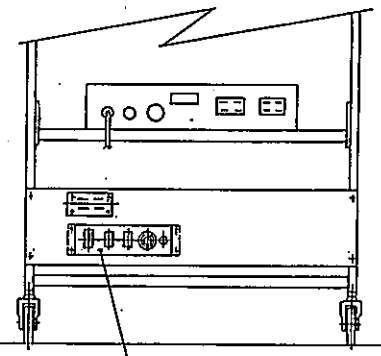
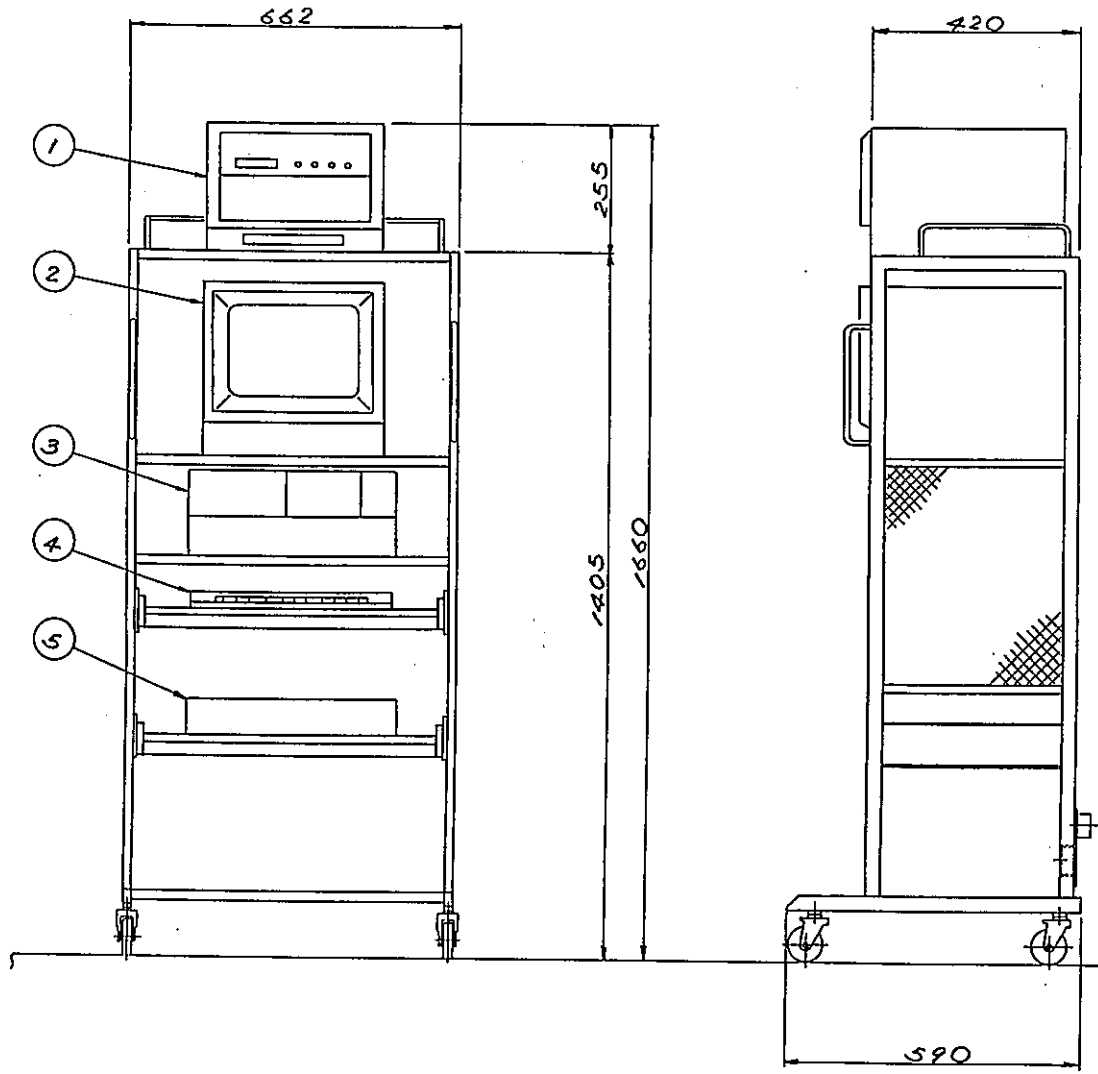
仕 様 書

仕様書番号：E1-92Y449-3

<p>10. 設置場所 雰囲気</p> <p>11. 保証</p> <p>12. 保守管理</p>	<p>ポリタンク (20ℓ) . . . . . 7個 廃液タンク用連結管 . . . . . 1本 取扱説明書 . . . . . 2部 検査成績書 . . . . . 2部 完成図書 . . . . . 2部</p> <p>屋内設置 周囲温度： 20 - 30℃ 周囲湿度： 85%RH以下 (結露しないこと) 直射日光を避け、腐食性ガス・ダストなどの影響の無い 場所に設置してください。</p> <p>検収後、1年以内に発生した故障または不都合については、 当社の負担で修理または改造を行います。ただし、天災・不 可抗力による破損、誤操作に起因すると判断されるもの、設 置条件等が本仕様書の記載事項を満足しない場合を除きます</p>
---	---

電気化学計器株式会社

NO	名称	规格	メーカー
1	プリンター	PC-PR1000/A	NEC
2	CRT	FC-98S3U	NEC
3	フロッピーディスク	FC-9801	NEC
4	キーボード		
5	無停電電源	BU601L	松下



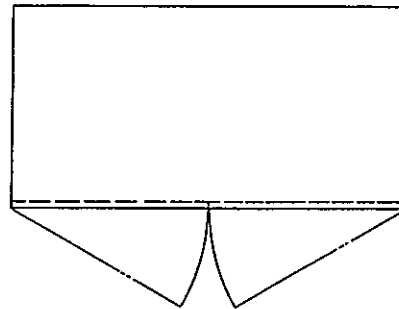
分析部.制御部間 接続ケーブル部

一般公差±10

電気化学材料株式会社 DKK CORPORATION	名称 TITLE 制御部外形寸法図	承認 APP'D BY 大 濤	検閲 CHKD BY 大 濤
	型番 MODEL	設計 DSGN BY 野 93.2.10	検閲 DWG BY 遠藤 93.2.5
		図面番号 DWG NO. E3-586267-A	

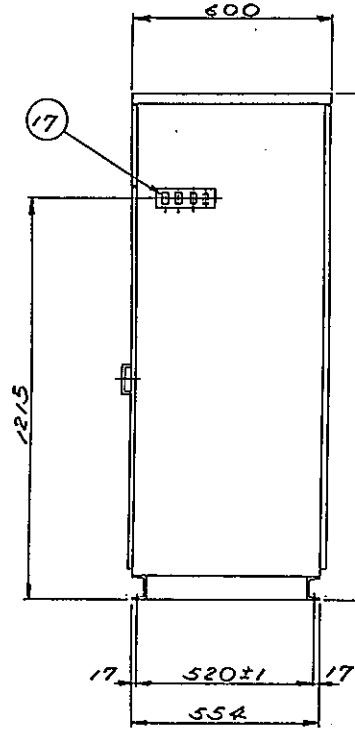


NO	名称 DESCRIPTION	備考 REMARKS
10	サンプル 5 出口 SAMPLE 5 OUTLET	Rc 1/4
11	サンプル 6 入口 SAMPLE 6 INLET	Rc 1/4
12	サンプル 6 出口 SAMPLE 6 OUTLET	Rc 1/4
13	純水入口 ULTRA PURE WATER INLET	Rc 1/4
14	排水口 DRAIN	Rc 1
15	空気入口 AIR INLET	Rc 1/4
16	電源ケーブル入口 INLET OF POWER CABLE	A200 (φ12ケーブル用) (O.D.φ12CABLE)
17	制御弁接続口 CONTROLLER CONNECTION	3ヶ所

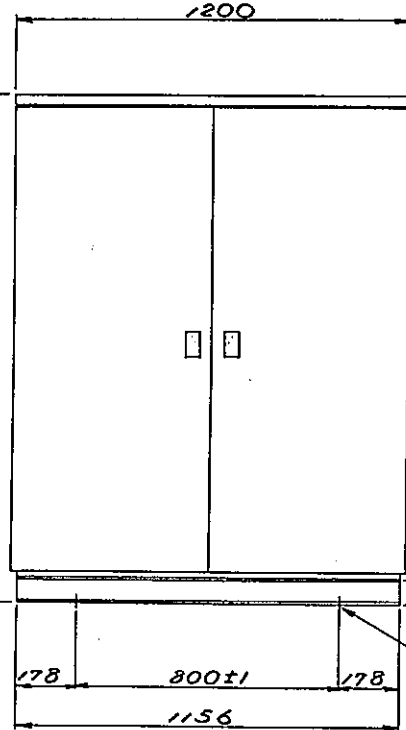


TOP VIEW

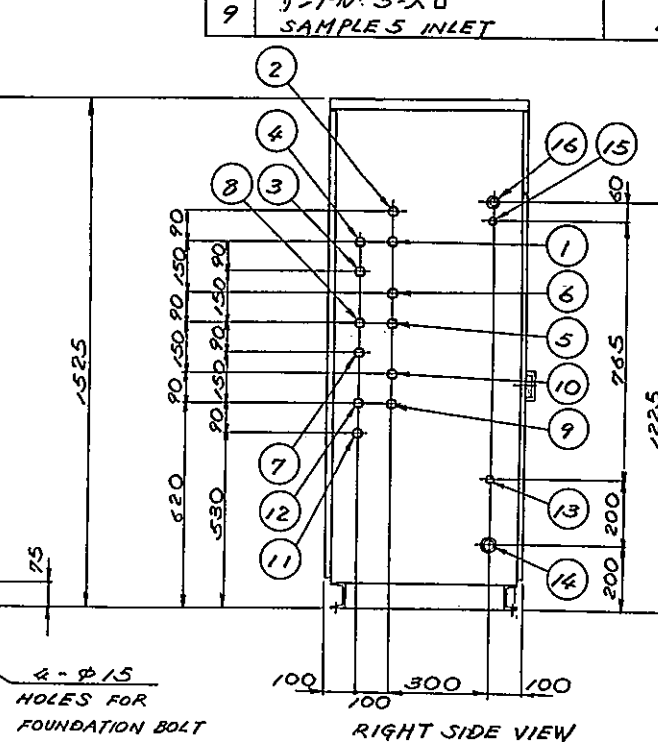
NO	名称 DESCRIPTION	備考 REMARKS
1	サンプル 1 入口 SAMPLE 1 INLET	Rc 1/4
2	サンプル 1 出口 SAMPLE 1 OUTLET	Rc 1/4
3	サンプル 2 入口 SAMPLE 2 INLET	Rc 1/4
4	サンプル 2 出口 SAMPLE 2 OUTLET	Rc 1/4
5	サンプル 3 入口 SAMPLE 3 INLET	Rc 1/4
6	サンプル 3 出口 SAMPLE 3 OUTLET	Rc 1/4
7	サンプル 4 入口 SAMPLE 4 INLET	Rc 1/4
8	サンプル 4 出口 SAMPLE 4 OUTLET	Rc 1/4
9	サンプル 5 入口 SAMPLE 5 INLET	Rc 1/4



LEFT SIDE VIEW



FRONT VIEW



RIGHT SIDE VIEW

一般公差 ±10  
GENERAL TOLERANCE ±10

DKK 電気化学計測株式会社  
DKK CORPORATION

名称 TITLE  
イオンクロマト分析装置外形寸法図  
OUTLINE & DIMENSIONS DRAWING OF  
ION CHROMATOGRAPH ANALYZER  
形式 MODEL

承認 APP'D BY  
石飛  
作成 CHKD BY  
石飛  
設計 DSGN BY  
山根  
190517  
製図 DWG BY  
M. ENDOH  
HAY 17'90

図面番号 DWG NO.  
E3-576189-A





工程分析自動化の標準ユニット

# 前処理の自動化

## 目次

はじめに .....	1	4.13 反応セル付き比色計 .....	16
1. 分析機器の前処理システム .....	1	4.14 計量器ユニット .....	17
2. 前処理の連続と不連続 .....	1	4.15 試薬ポンプ (エア駆動) RP型 .....	18
3. 前処理装置のための標準ユニット一覧 .....	3	4.16 試薬ポンプ (モーター駆動) RP型 .....	19
4. 標準ユニットの実際 .....	3	4.17 滴定ポンプ TP型 .....	20
4.1 ろ紙フィルター .....	4	4.18 定量ポンプ PPZ-P11型 .....	21
4.2 ろ過筒 .....	5	4.19 扉開閉ユニット .....	22
4.3 砂ろ過装置 FS-3型 .....	6	4.20 マイクロロボット	
4.4 サンプリングユニット .....	7	RV-M1、-M2型 .....	23
4.5 サンプラー .....	8	4.21 マルチディスペンサー .....	24
4.6 サンプリングエレベーター .....	9	5. 標準ユニット組み込み例 .....	25
4.7 サンプルチェンジャー .....	10	5.1 金属試料自動溶解装置	
4.8 容器移動ユニット .....	11	SOLMET-202型 .....	25
4.9 分析部移動ユニット .....	12	5.2 石油品質試験室用ラボラトリー	
4.10 加熱反応ユニット (常圧用) .....	13	オートメーションシステム (LAS) .....	26
4.11 加熱反応ユニット (加圧用) .....	14	5.3 酵素活性測定装置 .....	27
4.12 蒸留器 .....	15	5.4 自動溶解ユニット (多関節ロボット) .....	28

## はじめに

当社は、平成元年3月に開かれた「第27回分析機器展」で、一連の工程分析用前処理装置を発表いたしました。これは、我が社が永年にわたって、お客のご指導やご要求によって少しずつ蓄積してきた技術を盛り込んだ自動化ユニットをとりまとめて展示したものです。この資料は、これらの自動化ユニットを分類、整理し、多少の説明を付け加えたものです。

### 1. 分析機器の前処理システム

成分分析システムの体系は、申すまでもなく、サンプリング装置を含む前処理装置、分析計本体、およびデータ処理装置の3つから成り立っています。

このうち、分析計本体およびデータ処理装置は、最近のハイテク化によって長足の進歩をとげております。しかし、いろいろの理由から、前処理装置は大きく進歩から取り残されており、今最もその自動化が望まれているところです。当社は、プロセス化学分析装置〔プロセスタイトレーター（滴定装置）、プロセスフォトメーター（比色計）〕や、ラボラトリーオートメーション関連の分連の分析計を製作しておりますが、その中で数多くの前処理装置を手がけてきました。

最近特に前処理の自動化に関するご要望が多くなっておりますので、これらの標準ユニットとその組合せ例をご紹介します。もとより前処理は、客先の仕様に合わせて一品一品作るもので、汎（はん）用化は難しいものですが、各ユニットを標準化し、目的に応じてそれらを組み合わせることで、ある程度、これに対処できるものと考えております。

この資料は、その一例を示したもので、これらの標準化されたユニットを活用すれば、価格、納期で有利に前処理の自動化を図ることができます。

### 2. 前処理の連続と不連続

前処理の自動化技術は、もともと血液の生化学検査システムによって長足の進歩がみられました。

その際テクニコン社が採用した連続方式と、その他の会社（日立、DKKなど）が採用した不連続方式とがあり、それぞれが特長を持っています。（「表1前処理の連続方式と不連続方式の比較」参照）

この表でみる限り、一長一短がありますが、少なくとも不連続方式は、手分析方法をそのまま全く同じ方式で自動化ができますので、得られた結果に信頼性があるといえます。

表1 前処理の連続方式と不連続方式の比較

	連続方式	不連続方式
原理 (構成)	<ul style="list-style-type: none"> <li>可撓（かとう）性の細いチューブを使ったしごきポンプによって試料を細いチューブで移送し、その途中で様々な前処理が行われる。</li> <li>テクニコン方式は、空気を混入し、試料間の相互干渉を防いでいる。</li> <li>FIA方式はチューブの直径を細くし、ピストンフローによって相互干渉を防止している。</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>試料は、主としてカプセルまたは試験管の中に入れられ、ターンテーブルまたは小さなコンベヤーで移動される途中で様々な前処理が加えられる。</li> <li>全体としては、試料が入った容器が各ユニットプロセスの間を移動する形になる。一種のミニプロセス。</li> </ul>
利点	<ul style="list-style-type: none"> <li>構造が簡単。</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>手分析をそのまま自動化できる。</li> <li>データの信頼性がある。</li> </ul>
欠点	<ul style="list-style-type: none"> <li>可撓（かとう）チューブが変形するので、時々交換する必要がある。</li> <li>途中で、試料間の混合が若干生じることがある。</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>構造が複雑でやや高価。</li> <li>容器の洗浄操作が必要。</li> </ul>

### 3. 前処理装置のための 標準ユニット一覧

当社では、「表2」のような標準ユニットを用意しています。お客様のご要望に応じて、各ユニットを組み合わせ、システムを構成できるようになっています。

各ユニットとも、操作のためのローカルシーケンス機能を内蔵しており、トリガー（制御器）によって一連の動作を行ったのち、そのまま待機するようになっています。

### 4. 標準ユニットの実際

次ページ「4.1 ろ紙フィルター」以下に示します。

表2 前処理装置のための標準ユニット一覧

分類	標準ユニット名	型名	参照項目
ろ過部	ろ紙フィルター		4.1
	ろ過筒		4.2
	砂ろ過装置	FS-3型	4.3
試料格納部	サンプリングユニット		4.4
	サンプラー		4.5
	サンプリングエレベーター		4.6
	サンプルチェンジャー		4.7
試料移送部	容器移動ユニット		4.8
	分析部移動ユニット		4.9
反応部	加熱反応ユニット（常圧用）		4.10
	“（加圧用）		4.11
	蒸留器		4.12
	反応セル付き比色計		4.13
計量およびポンプ部	計量器ユニット		4.14
	試薬ポンプ（エア駆動）	RP型	4.15
	試薬ポンプ	RP型	4.16
	滴定ポンプ	TP型	4.17
	定量ポンプ	PPZ-P11型	4.18
メカニカル部	扉開閉ユニット		4.19
	マイクロロボット	RV-M1, -M2型	4.20
小型システム	マルチディスペンサー		4.21





## 4.2 ろ過筒

### (1) 目的

- ・分析計導入前の試料のろ過。

### (2) 主な仕様

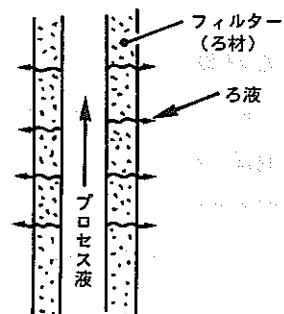
- ・ろ過方式：バイパスフロー方式によるろ過
- ・洗浄方法：水とエアによる洗浄
- ・フィルターの粗さ：100～10 $\mu$ m

### (3) 応用例

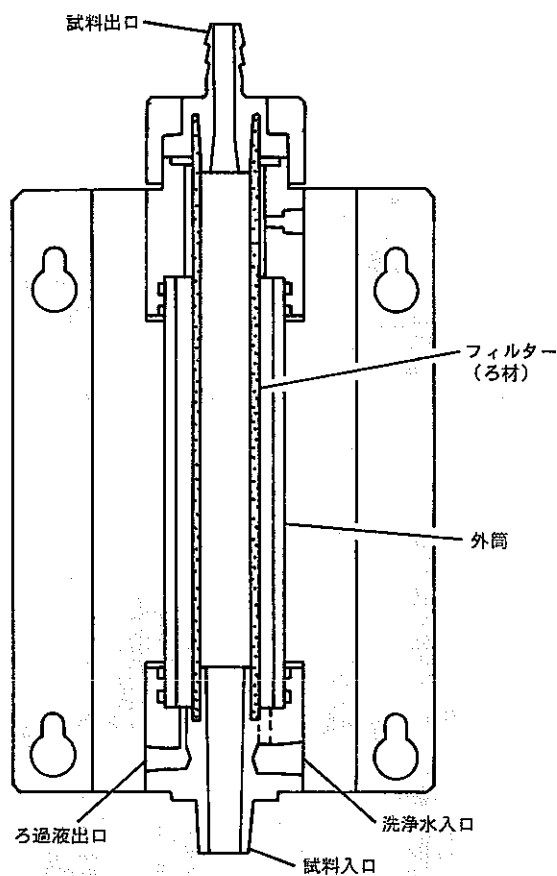
- ・酸洗計用前処理
- ・めっき液分析計用前処理

### (4) 特長・その他

- ・プロセスタイトレーター、プロセスフォトメーターなどの前処理用としての実績が多い。



ろ過部概念図



ろ過筒の内部構造

## 4.3 砂ろ過装置 FS-3型

### (1) 目的

- 水質測定装置へ導入する試料の前処理。
- 2本のフィルター槽を一定周期で交互に使用。その間に一方を自動逆洗浄する。

### (2) 主な仕様

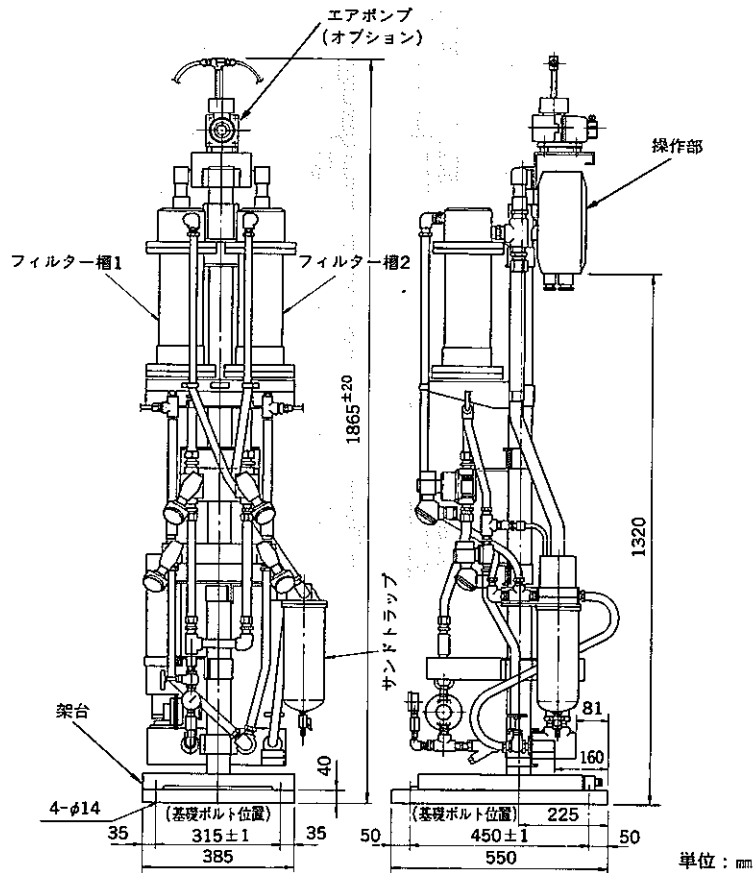
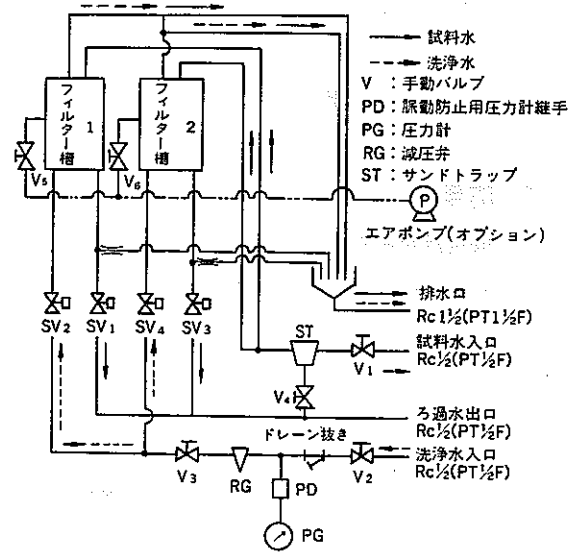
- 用途：試料中のS・Sの除去
- ろ過採水量：1～6 l/min
- 試料水条件：圧力…0.2～2 kg t/cm<sup>2</sup>G  
流量…12～16 l/min

### (3) 応用例

- アルカリ度計、残留塩素計の前処理。

### (4) 特長

- 2本のフィルター槽を交互に使用しているので、連続して試料が得られる。
- ろ紙フィルターなどの消耗品が不要。



砂ろ過装置の外形図

## 4.4 サンプルングユニット

### (1) 目的

- 同一試料を複数の容器へ分注する。
- 分注の前後にノズルを洗浄槽へ移して洗浄する。

### (2) 主な仕様

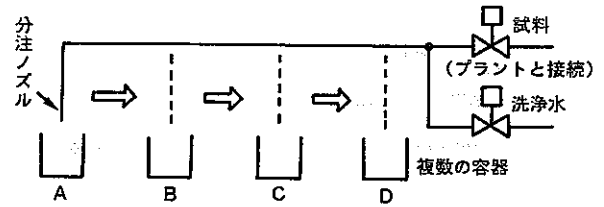
- 移動、回転動力源：パルスモーターなど
- 前後、上下移動：エアシリンダー
- 計量方法：レベル電極

### (3) 応用例

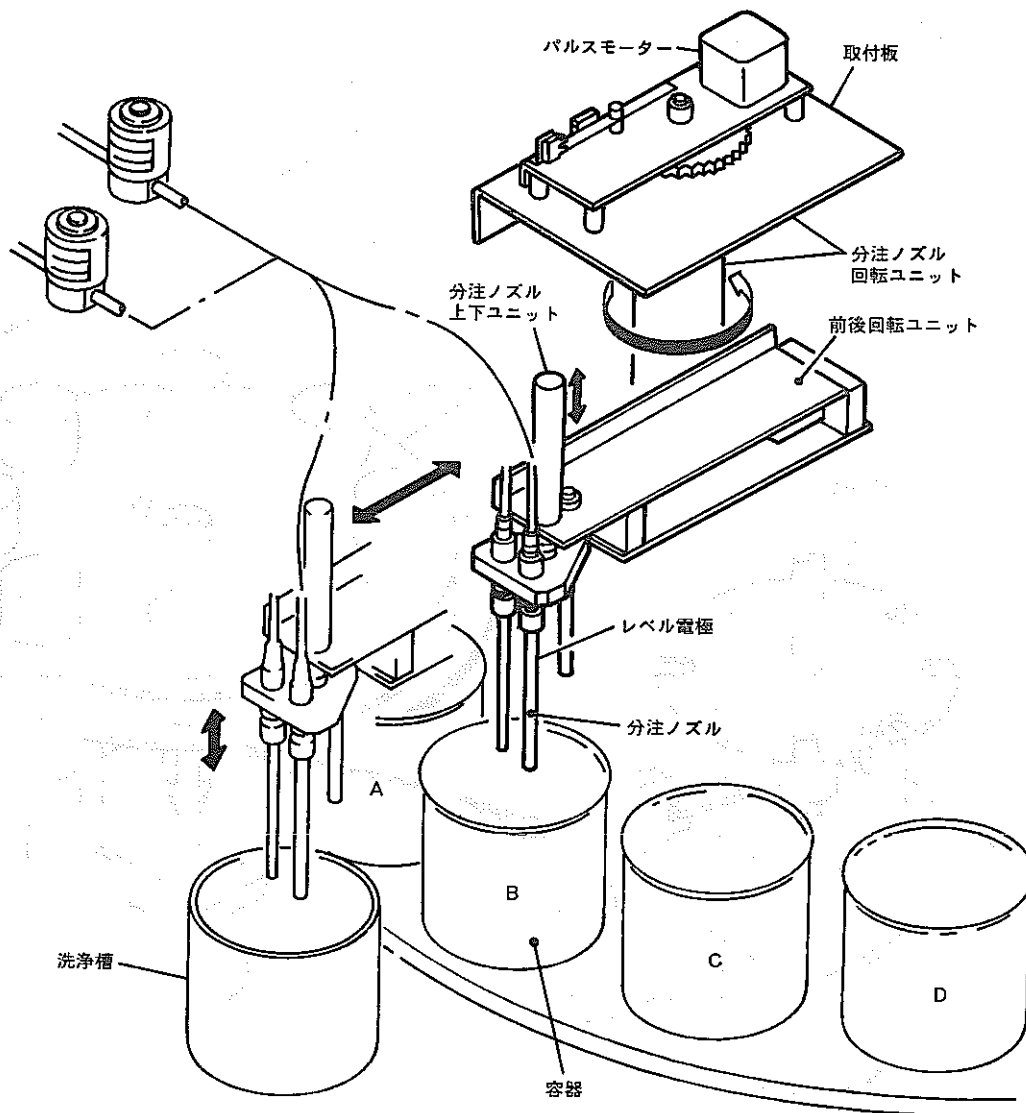
- サンプラーまたは反应用ターンテーブル

### (4) 特長・その他

- オンライン試料をn個同時に分注する場合に適する。



分注部概念図



サンプルングユニットの構造

## 4.5 サンプラー

### (1) 目的

- 試料が入ったテーブル上の容器を信号によって、サンプリングノズルがある位置へ順次回転する。

### (2) 主な仕様

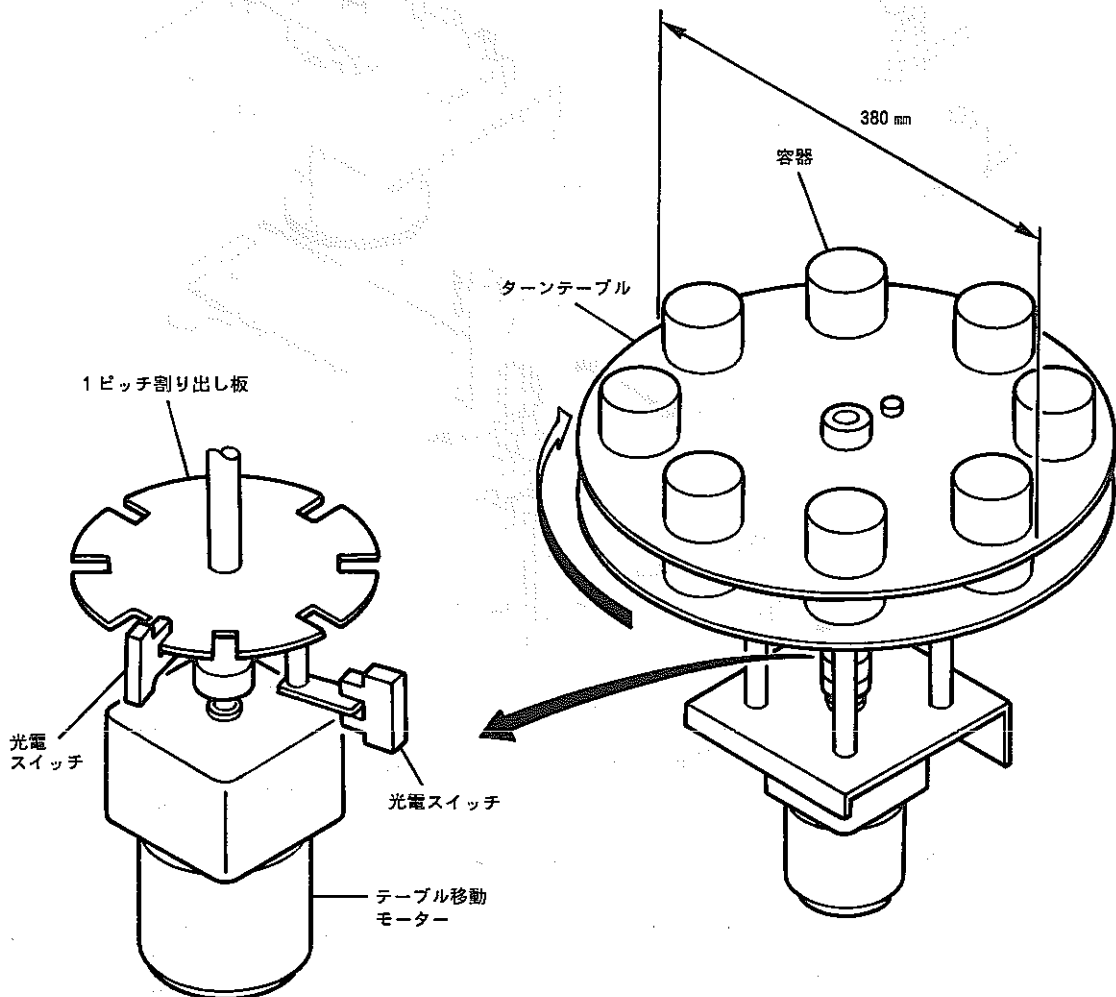
- 容器セット個数：4～20個
- 容器材質：ステンレスとチタンの合金製またはパイレックスガラス製

### (3) 応用例

- サンプリングエレベーターと組み合わせて試料の自動分取に使用。

### (4) 特長・その他

- 周囲に温水を流すパイプを設けることによって、保温が必要な試料も扱える。



サンプラーの構造

## 4.6 サンプリグエレベーター

### (1) 目的

- ・ サンプラーから試料を分取し、次の工程へ移す。

### (4) 特長・その他

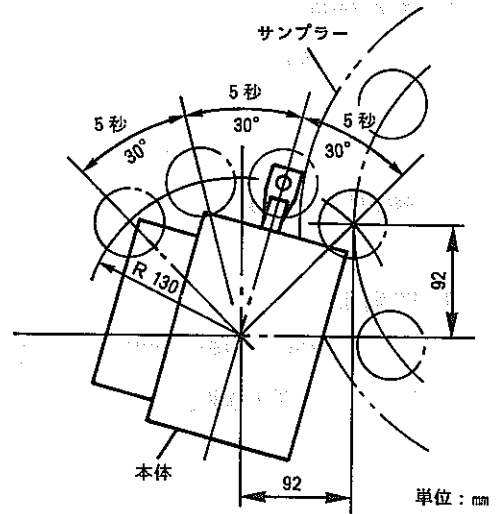
- ・ パルス駆動式ポンプを使用することで、微量のサンプリグができる。

### (2) 主な仕様

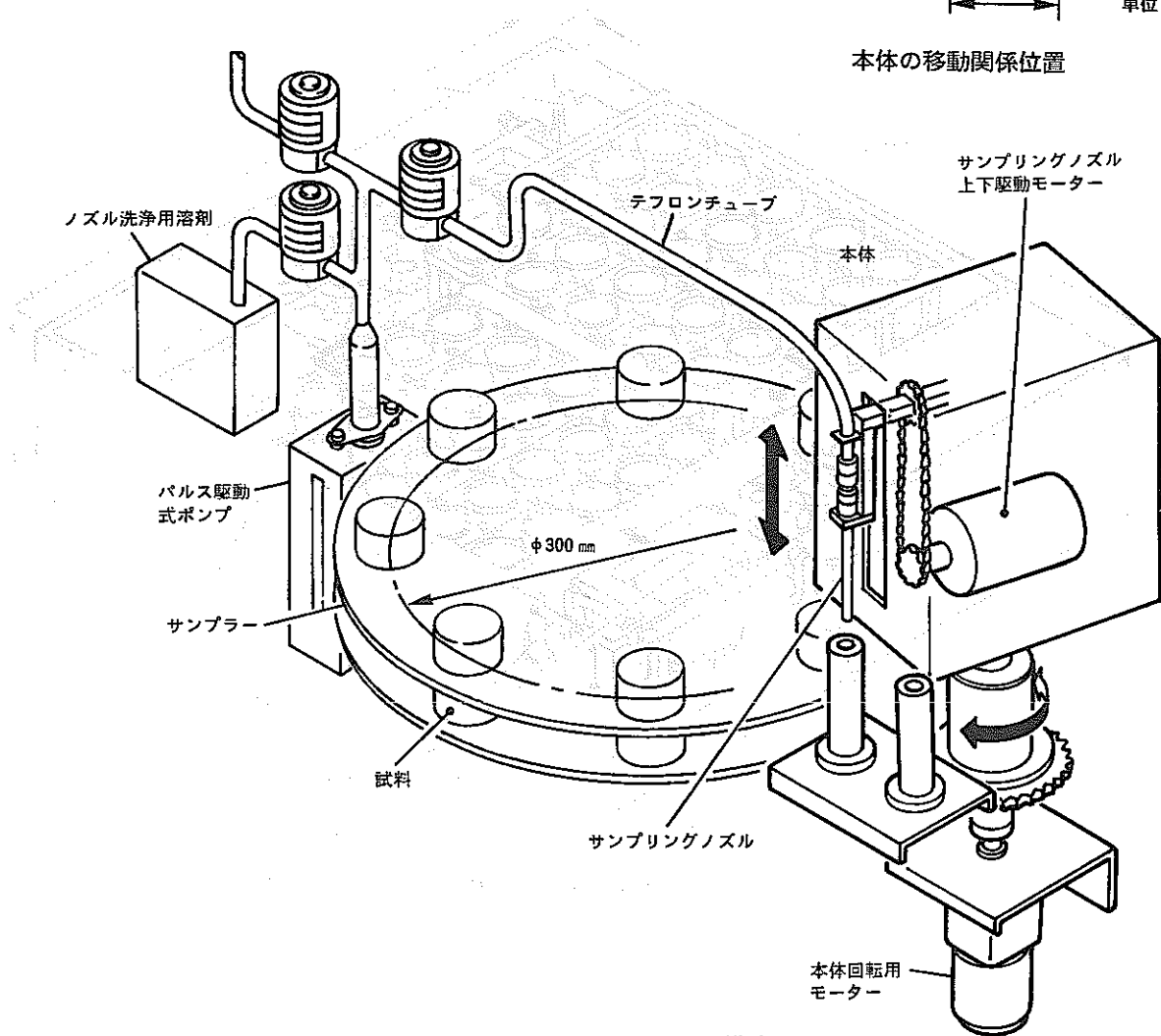
- ・ サンプリグノズル上下動：モーターによる
- ・ 本体の移動（回転または直進）：モーターによる

### (3) 応用例

- ・ サンプリグノズルの代わりに、pH電極や導電率電極を取り付ける方法もある。



本体の移動関係位置



サンプリグエレベーターの構造

## 4.7 サンプルチェンジャー

### (1) 目的

- 溶液の貯蔵や間欠移動。

### (4) 特長・その他

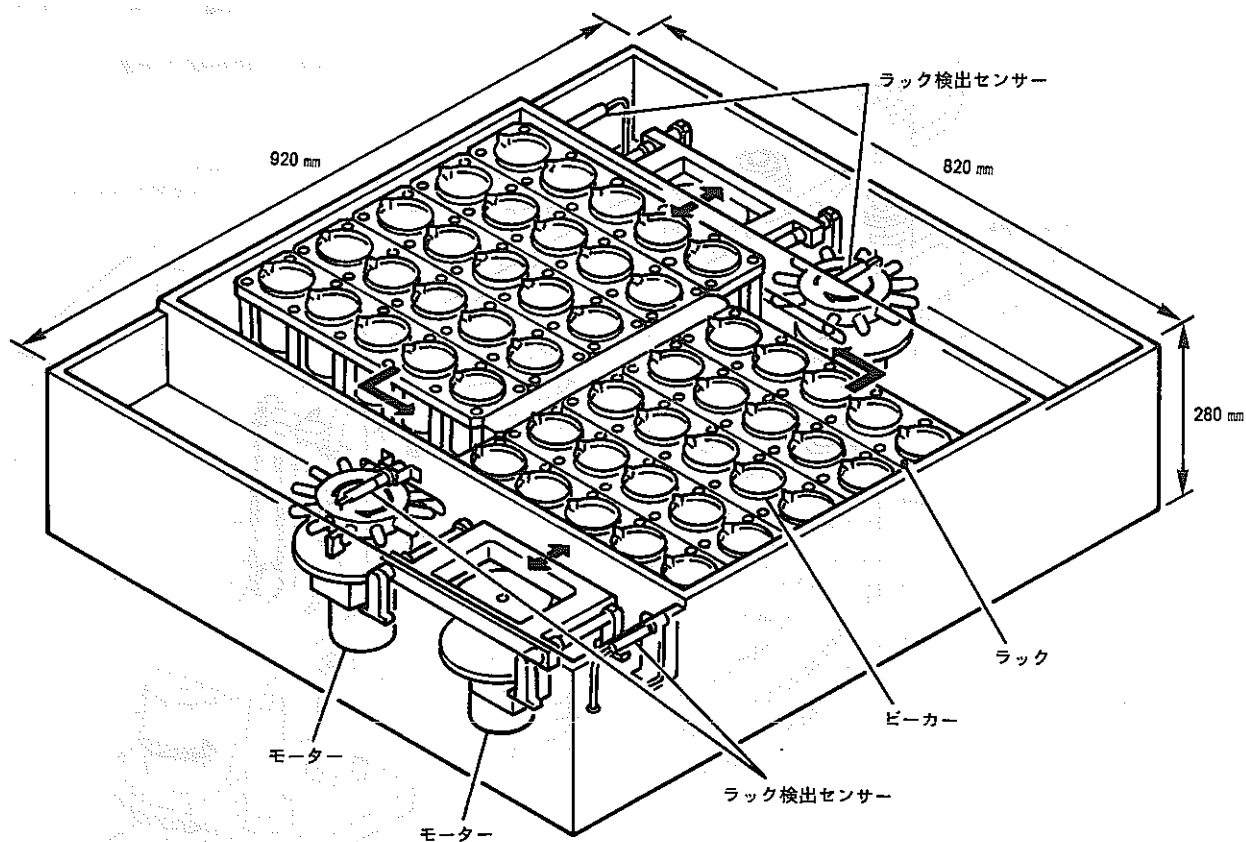
- コンパクトで簡単な大容量サンプルチェンジャー。
- 試料容器のXY移動装置。

### (2) 主な仕様

- サンプル容器：100 ml ビーカー  
または  
100 ml 矩形フラスコ
- 容器数量：50本

### (3) 応用例

- あらゆる分析の自動化装置での、試料の貯蔵や試料ラックの間欠移動。



サンプルチェンジャーの構造

## 4.8 容器移動ユニット

### (1) 目的

- ・ 試料容器の移動。

### (2) 主な仕様

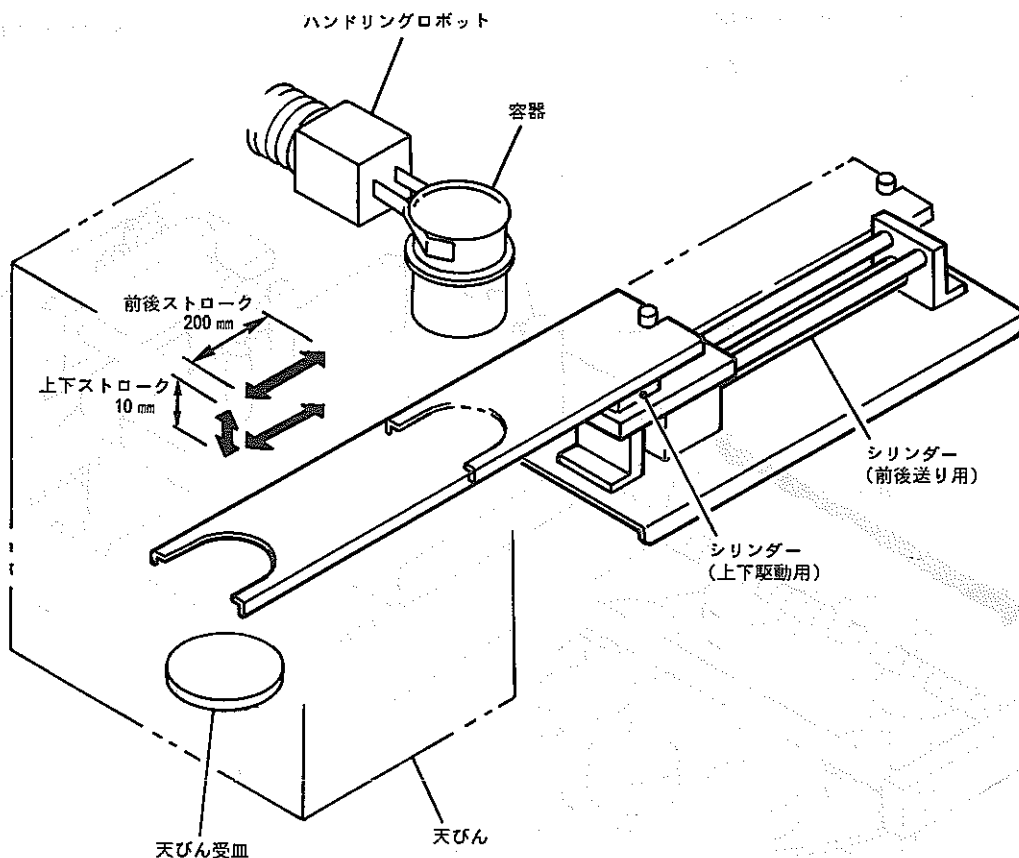
- ・ 前・後進ストローク：200～500 mm
- ・ 上・下ストローク：10 mm

### (3) 応用例

- ・ 天びんへの試料の出し入れ。
- ・ 試料容器移動に寸法的制約がある場合。

### (4) 特長・その他

- ・ 小スペースに取り付け可能。
- ・ ハンドリングロボットが入らない所にも取り付け可能。



容器移動ユニットの構造と動作

## 4.9 分析部移動ユニット

### (1) 目的

- 電極類、試薬注入ノズル、かくはん翼などが組み込まれた分析部を移動。

### (2) 主な仕様

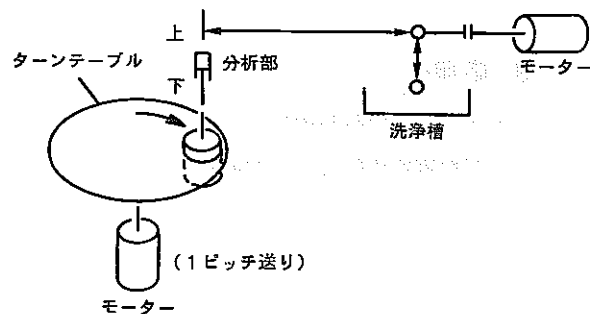
- 水平移動：モーターの正逆転
- 上下動：エアシリンダーによる。

### (3) 応用例

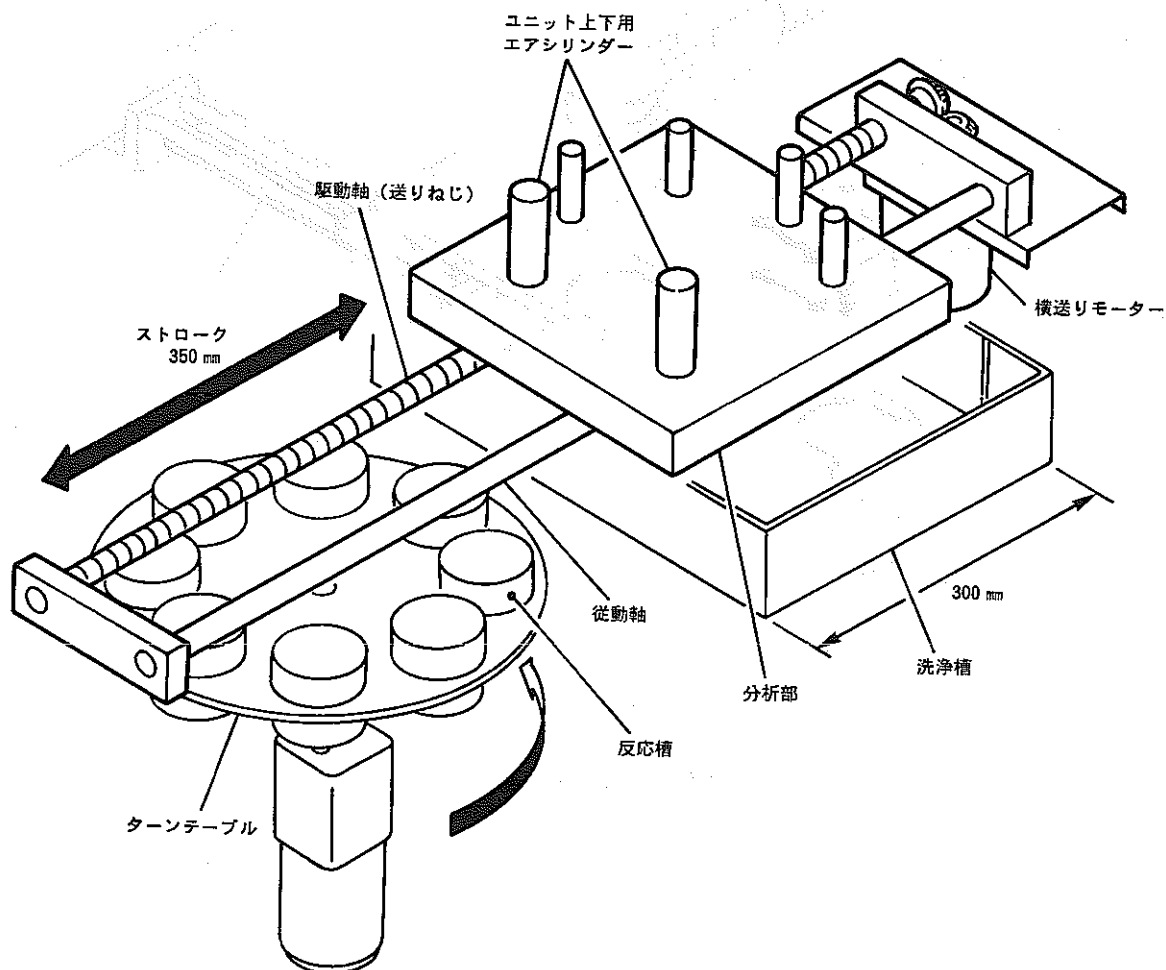
- 分析部全体を反応槽から洗浄槽へ移動する方式の洗浄の自動化。
- 洗浄槽の代わりに別のターンテーブルを置くことで、二つのラインを交互に測定したり、吸引ノズルを設けて、試料などの移動を行うこともできる。

### (4) 特長・その他

- 個別の洗浄器を設ける必要がないため分析部の構造が簡単になる。
- 分析部へ電極などを直接、取り付けることができる。



洗浄移動概念図



分析部移動ユニットの構造



## 4.10 加熱反応ユニット（常圧用）

### (1) 目的

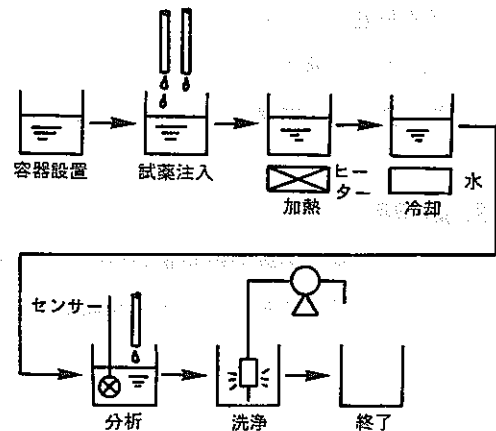
- 薬液注入、加熱、冷却、分析、洗浄をターンテーブル上で行う。
- 試料容器の出し入れは、ハンドリングロボットを組み合わせて行う。

### (2) 主な仕様

- 容器数量：4～10個
- 薬液注入ノズル数：2～3本
- 加熱：スペースヒーターによる
- 冷却：水道水循環による
- 分析：注入ノズル、かくはん器、センサー
- 洗浄：洗浄ノズルと吸引ノズルによる

### (4) 特長その他

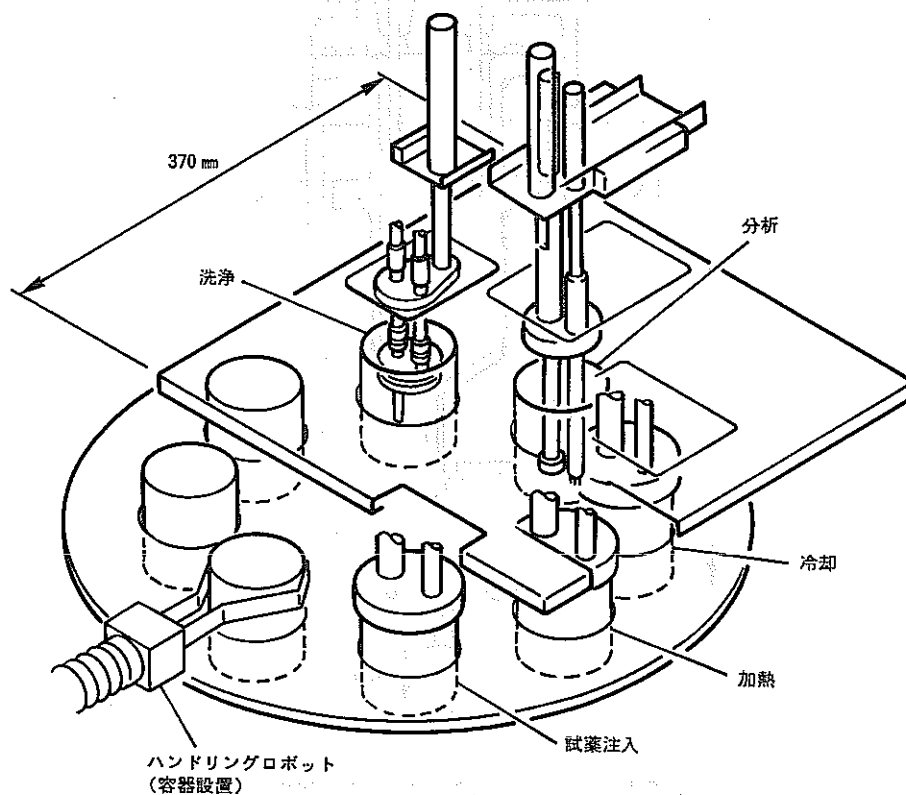
- 目的に合わせて、分析用センサーやステップ数を選択して製作することができる。



フロー図

### (3) 応用例

- 加熱、冷却をともなう分析。



加熱反応ユニット（常圧用）の構造

## 4.11 加熱反応ユニット（加圧用）

### (1) 目的

- 溶液試料の加熱処理

### (4) 特長その他

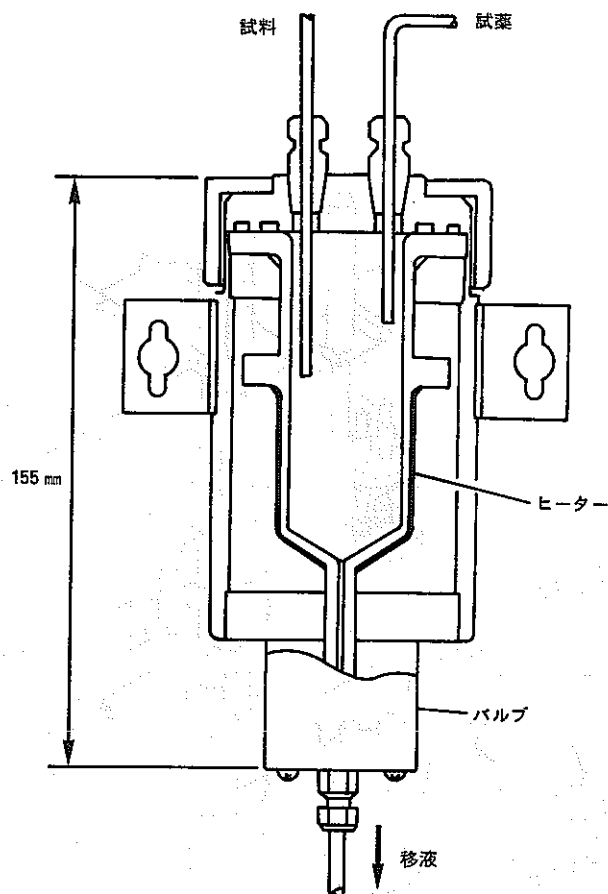
- 金属類を定量するための前処理として加熱分解に適している。

### (2) 主な仕様

- 容器材質：パイレックス
- 加熱：蒸着ヒーターによる
- 構造：密閉構造であり内圧 2 kg/cm<sup>2</sup> も可。

### (3) 応用例

- ボイラー水中の鉄分析装置での試料の加熱分解
- 全クロム分析装置での  $\text{Cr}^{3+}$  の加熱酸化。



加熱反応ユニット（加圧用）の内部構造

## 4.12 蒸留器

### (1) 目的

- ・ 試料の妨害成分除去のために、定量採取後の試料を蒸留する。

### (4) 特長・その他

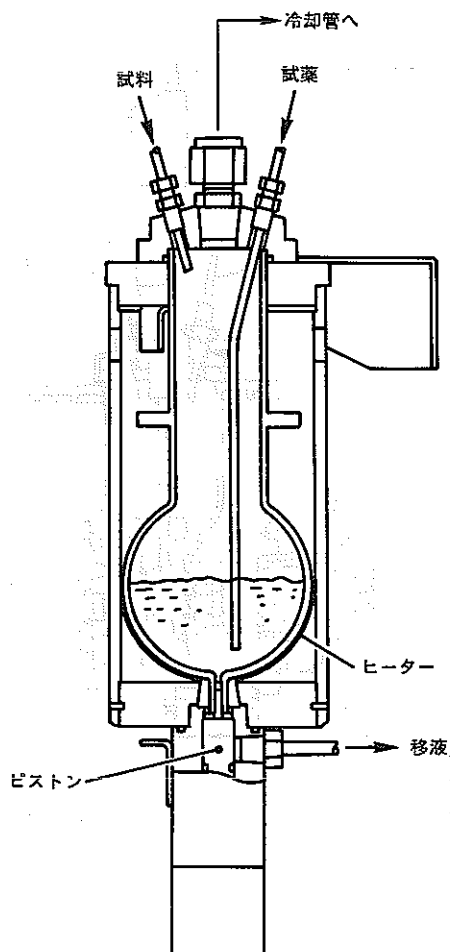
- ・ 蒸着ヒーター使用のため、温度の立ち上がりが速く、また冷却時間が短い。

### (2) 主な仕様

- ・ 加熱 : 蒸着ヒーターによる
- ・ 容器材質 : パイレックス

### (3) 応用例

- ・ 排水中全シアン測定装置
- ・ 排水中フェノール測定装置



蒸留器フラスコ部の内部構造

## 4.13 反応セル付き比色計

### (1) 目的

- 試料溶液中の成分を比色で測定する。

### (2) 主な仕様

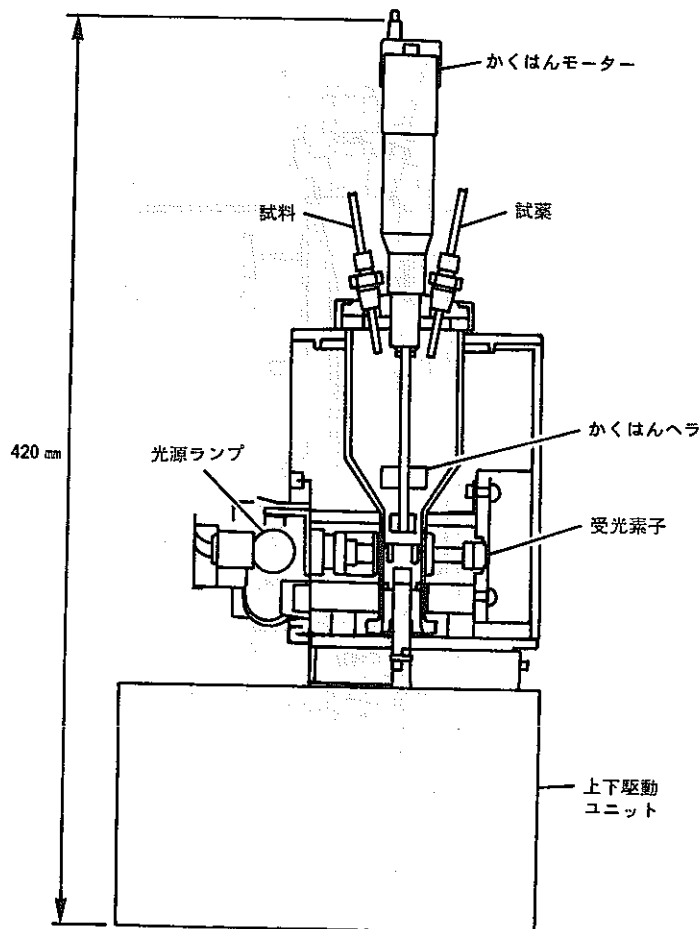
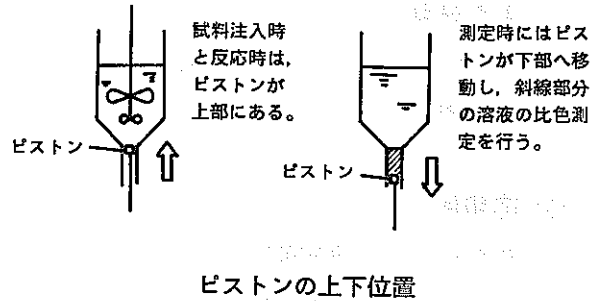
- 光源ランプ：測定成分に応じて選択
- セル長さ：測定成分に応じて選択
- 干渉フィルター：測定成分に応じて選択

### (3) 応用例

- 比色による分析の自動化

### (4) 特長・その他

- ピストンで、セル内面を洗浄しているのので、セルの汚れによる影響がほとんどない。



反応セル付き比色計の構造

## 4.14 計量器ユニット

### (1) 目的

- 溶液の計量

### (2) 主な仕様

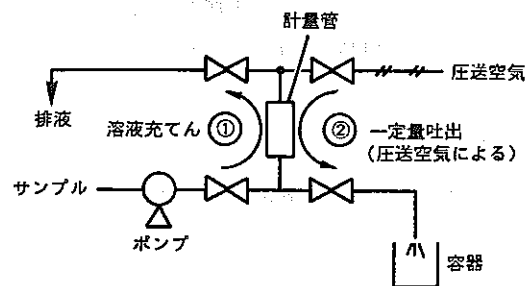
- 計量容量：1～500 ml
- バルブ：エア駆動弁または電磁弁
- 溶液部材質：パイレックスガラス、PP、SUS、  
テフロン

### (3) 応用例

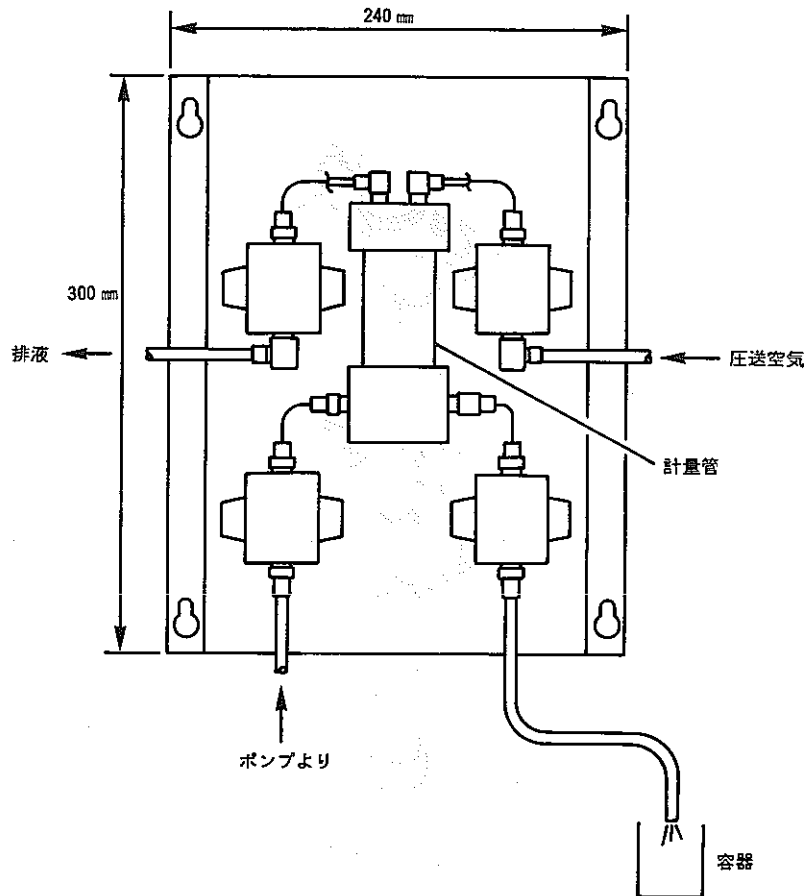
- 分析の自動化装置の試料、試薬、希釈水の計量。

### (4) 特長・その他

- 計量管に補助管を追加することによって、計量容量を変化させることができる。
- 計量管内へフロートスイッチを入れることによって、気泡（ベーパーロック）発生時には計量停止することもできる。



フロー図



計量器ユニットの外形図

## 4.15 試薬ポンプ（エア駆動） RP型

### (1) 目的

- 溶液の吸引・吐出

### (4) 特長・その他

- 構造がシンプル
- ローコスト

### (2) 主な仕様

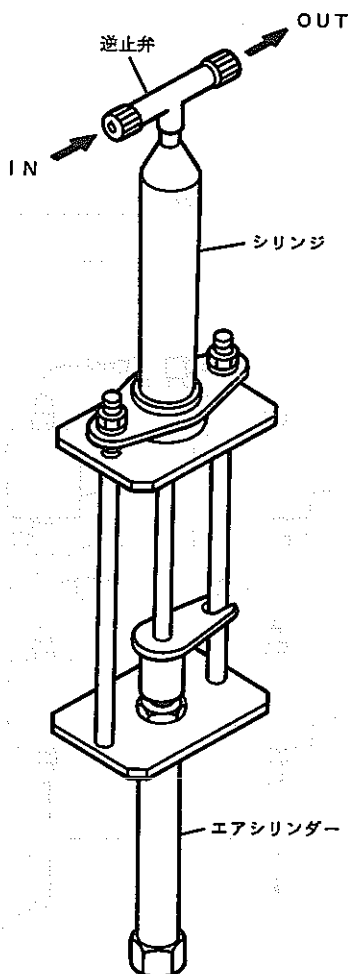
- 駆動圧：4 kg/cm<sup>2</sup>
- 吐出量：0.5～20 ml

この間の一定値を設定

- シリンジ材質：強化ガラス、PP

### (3) 応用例

- 分析の自動化装置の試薬添加や試料採取。



試薬ポンプ（エア駆動）の構造

## 4.16 試薬ポンプ（モーター駆動） RP型

### (1) 目的

- 溶液の吸引・吐出

### (4) 特長・その他

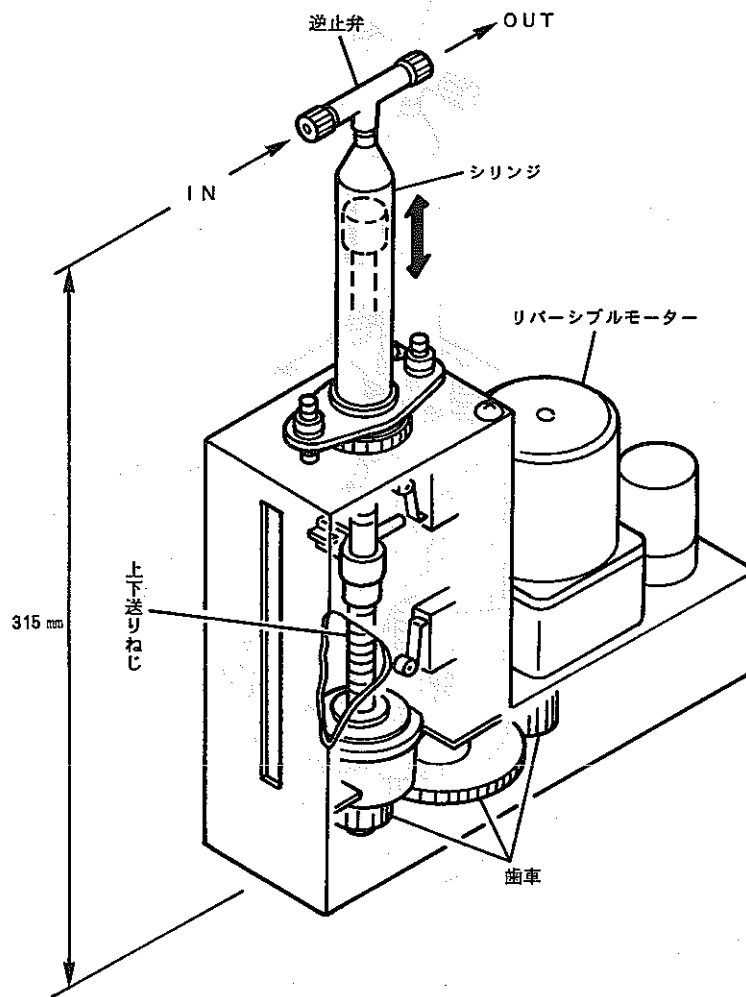
- 溶液の種類によって、シリンジ上部の逆止弁の代わりに電磁弁を取り付ける。

### (2) 主な仕様

- 動力源：リバーシブルモーター
- 吐出量：5、10、20 mlのいずれか一つ
- シリンジ材質：強化ガラス、PP

### (3) 応用例

- 分析の自動化装置の試薬添加や試料採取。



試薬ポンプ（モーター駆動）の構造

## 4.17 滴定ポンプ TP型

### (1) 目的

- ・パルス信号による吸引・吐出。

### (2) 主な仕様

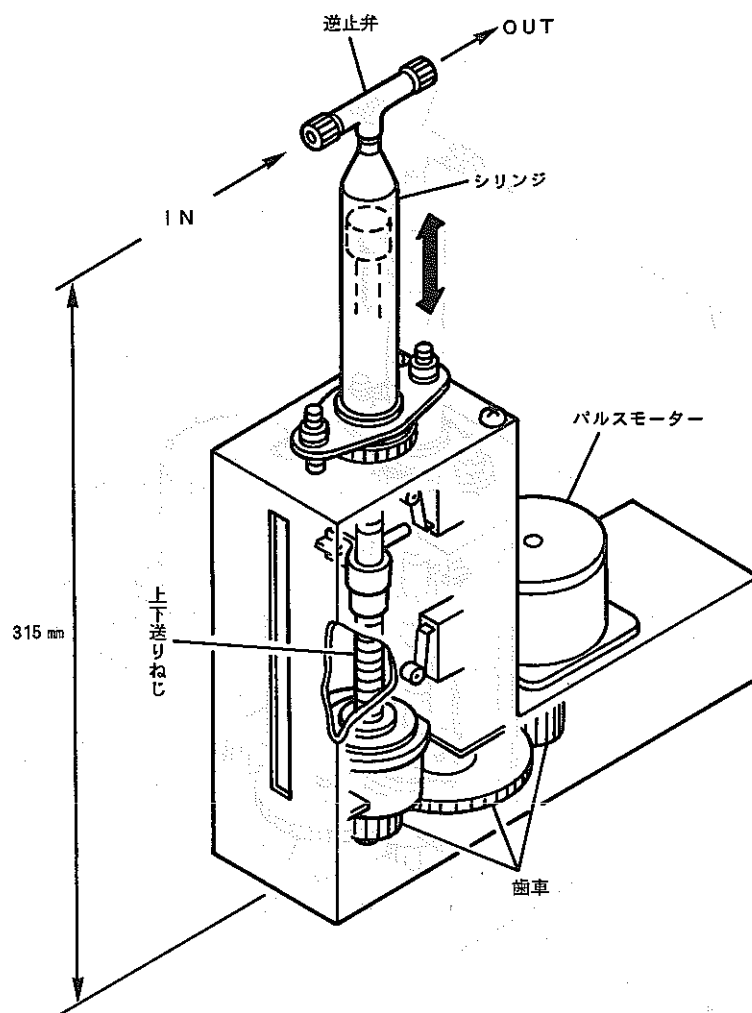
- ・動力源：パルスモーター
- ・分解能： $20\mu\text{l}$
- ・吐出量： $20\text{ml}$
- ・シリンジ材質：強化ガラス、PP

### (3) 応用例

- ・あらゆる分析の自動化装置の試薬添加や試料採取。

### (4) 特長・その他

- ・パルス信号によるため制御が容易。
- ・溶液の種類によって、シリンジ上部の逆止弁の代わりに電磁弁を取り付ける。



滴定ポンプの構造



## 4.18 定量ポンプ PPZ-P11型

### (1) 目的

- 溶液の吸引・吐出

### (2) 主な仕様

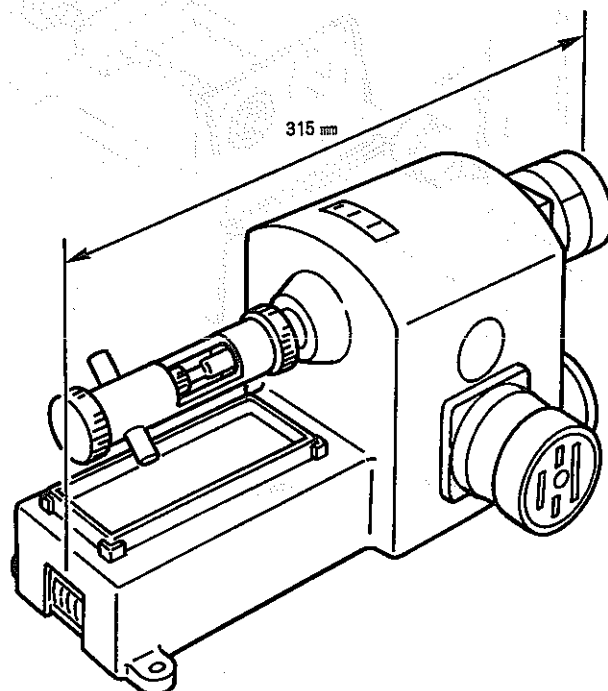
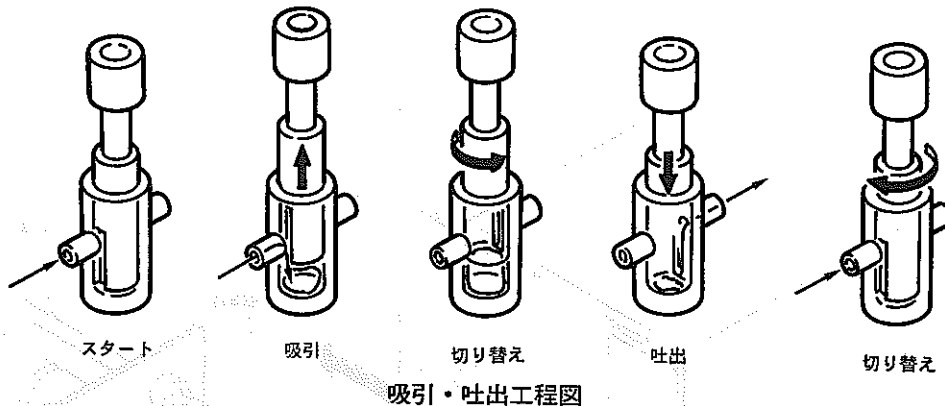
- 最大吐出量：10 ml/min
- 吐出圧：1.5 kg/cm<sup>2</sup>
- 吐出量精度：±0.3% (10ml/minに対して)
- 接液部材質：セラミック (酸化ジルコニア)

### (3) 応用例

- あらゆる溶液の吸引・吐出に。

### (4) 特長・その他

- 吐出量再現精度が±0.3%と高精度。
- セラミック製であるため耐熱・耐食・耐久性に優れている。
- 逆止弁のないバルブレス構造。
- ポンプより高い位置からの送液も可能。
- 殺菌灯付きのPPZ-P21型もある。



定量ポンプの外観

## 4.19 扉開閉ユニット

### (1) 目的

- ・引戸形扉の開閉

### (2) 主な仕様

- ・ストローク：130 mmなど
- ・動力源：モーターまたはエアシリンダー

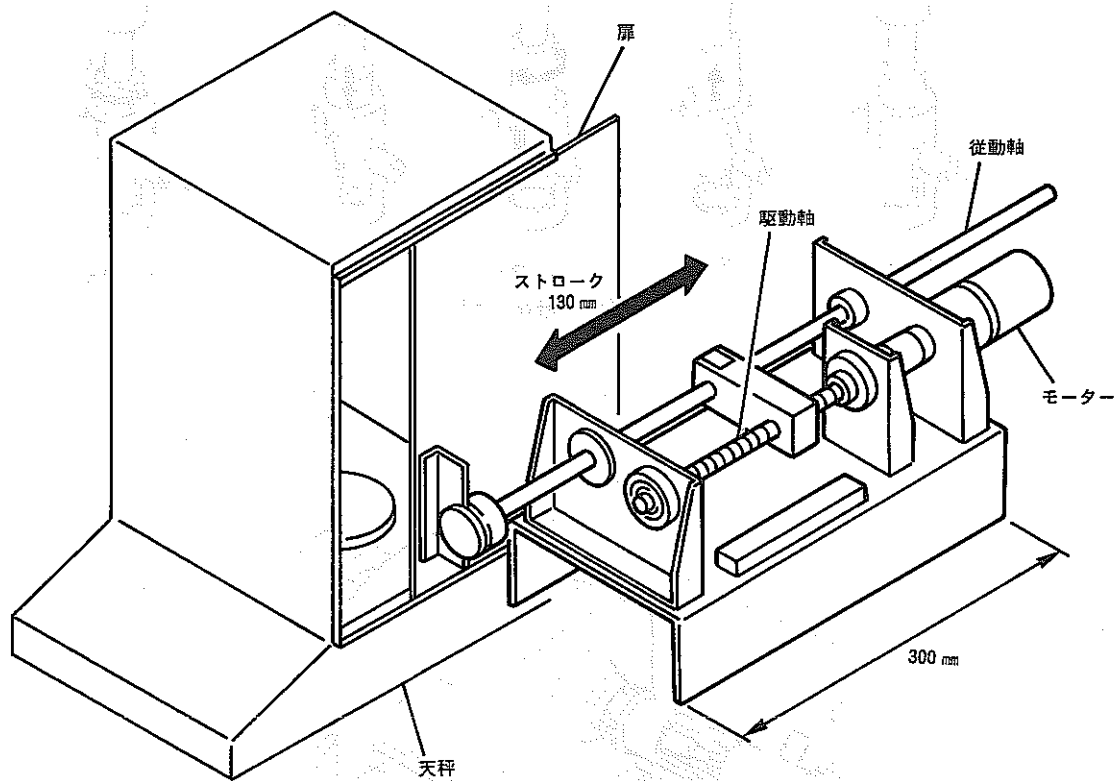
### (3) 応用例

- ・天びんの扉の開閉

空気振動による影響をさけるため、計量時は天びんの扉は閉じる。

### (4) 特長・その他

- ・信号（RS232C）による制御も可能。
- ・容器移動ユニットと組み合わせられる。



扉開閉ユニットの構造

## 4.20 マイクロロボット RV-M1、M2型

### (1) 目的

- ・容器（ビーカー）のハンドリングの自動化

### (2) 主な仕様

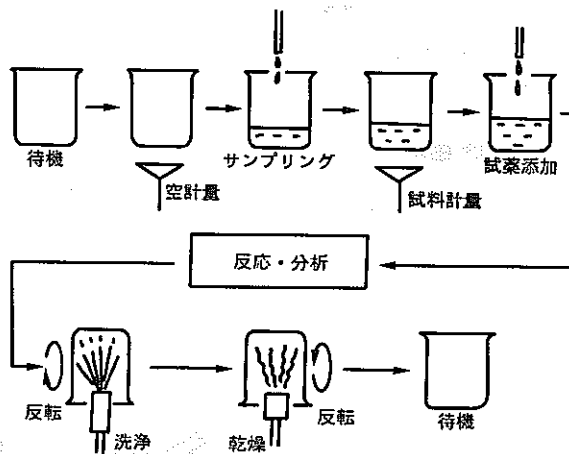
- ・ロボット方式：垂直多関節型、5軸  
（三菱電機製）
- ・可搬重量：1.2 kg
- ・位置繰返し精度：±0.3 mm

### (3) 応用例

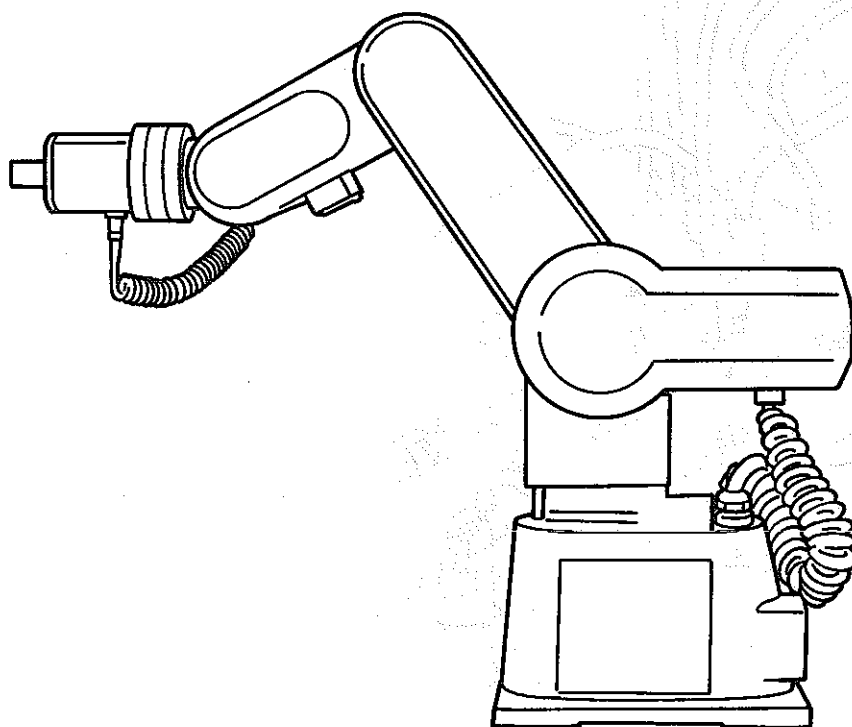
- ・サンプル計量、試薬添加、容器の洗浄などの自動化のためのハンドリング。

### (4) 特長・その他

- ・粉体・粘性溶液など重量測定が必要な工程や、複雑な動きが要求される工程のハンドリングの自動化。



ハンドリング自動化のフロー例



マイクロロボットの外観

## 4.21 マルチディスペンサー

### (1) 目的

- 数か所への同時分注。

### (2) 主な仕様

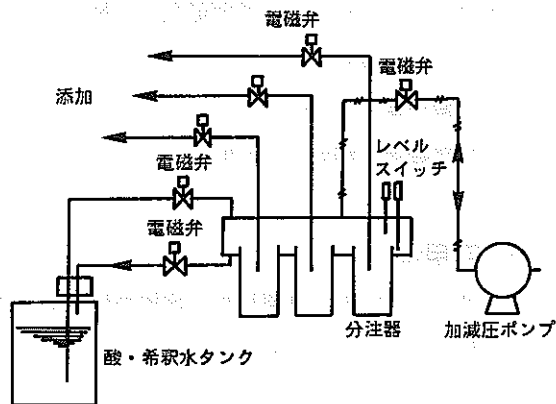
- 分注数：5連まで
- 分注量：10～100 ml

### (3) 応用例

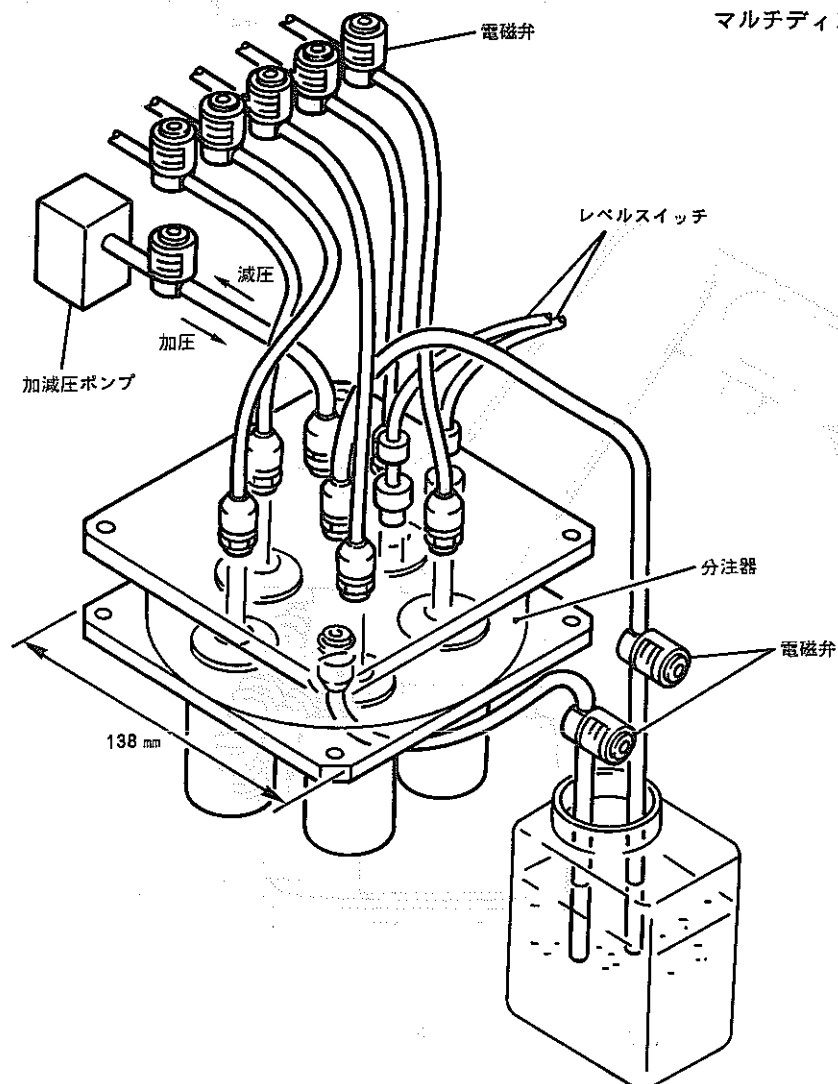
- 試料の分注。

### (4) 特長・その他

- 分注作業をマルチタスクで行える。
- 原理上、分注量は変化しない。
- 可動部がない。



マルチディスペンサーの概念図



マルチディスペンサーの構造

## 5. 標準ユニット組み込み例

ここでは、標準ユニットが組み込まれた当社の製品を紹介します。

### 5.1 金属試料自動化溶解装置 SOLMET-202型

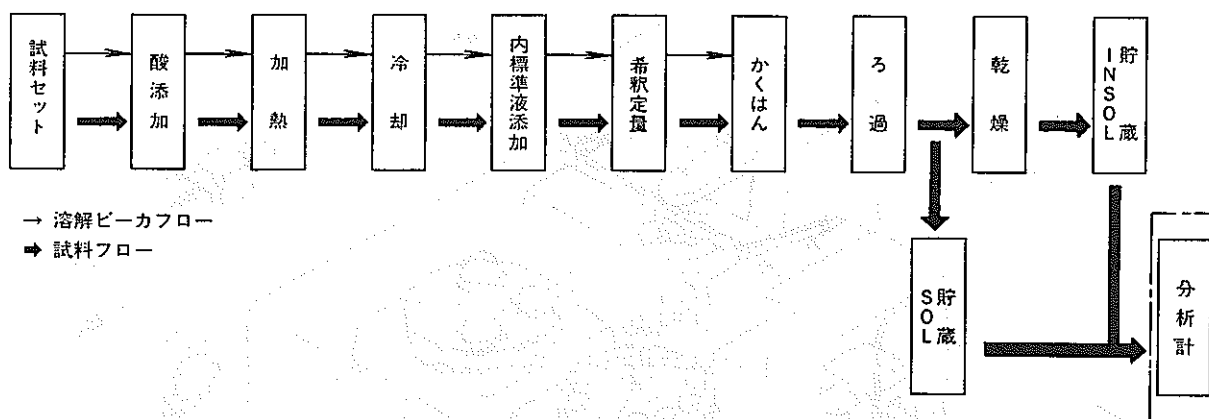
#### (1) 装置の概要

金属試料のICP発光分光分析などの前処理として、試料の加熱・酸溶解からろ過までの作業を全自動で行う装置。

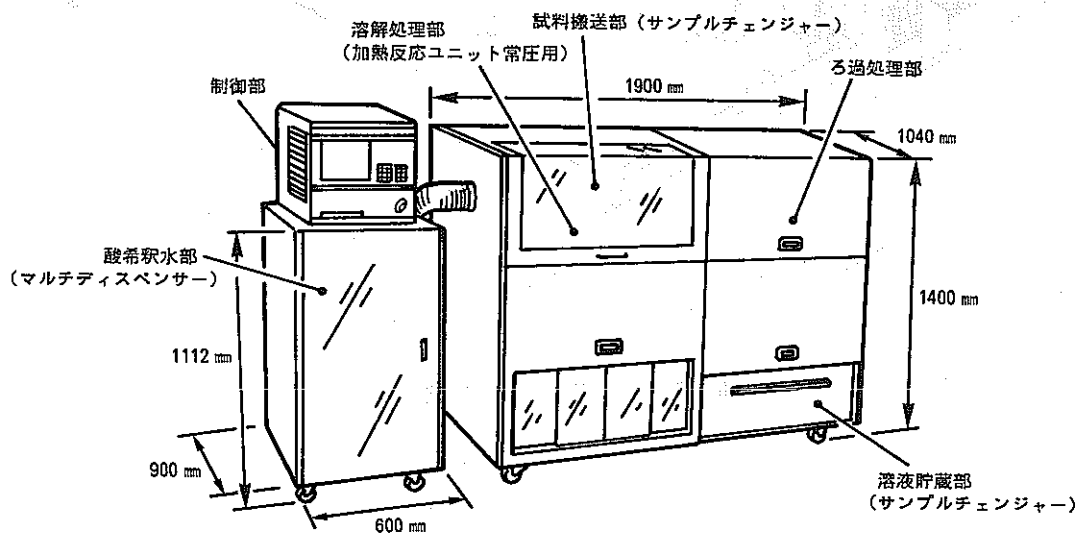
#### (2) ユニット組み込み部（標準ユニット名）

- ・酸・希釈水部（マルチディスペンサー）
- ・試料搬送部（サンプルチェンジャー）
- ・溶解処理部（加熱反応ユニット常圧用）
- ・溶液貯蔵部（サンプルチェンジャー）

#### 動作



金属試料自動溶解装置のフロー



金属試料自動溶解装置の外観

## 5.2 石油品質試験室用ラボラトリーオートメーションシステム (LAS)

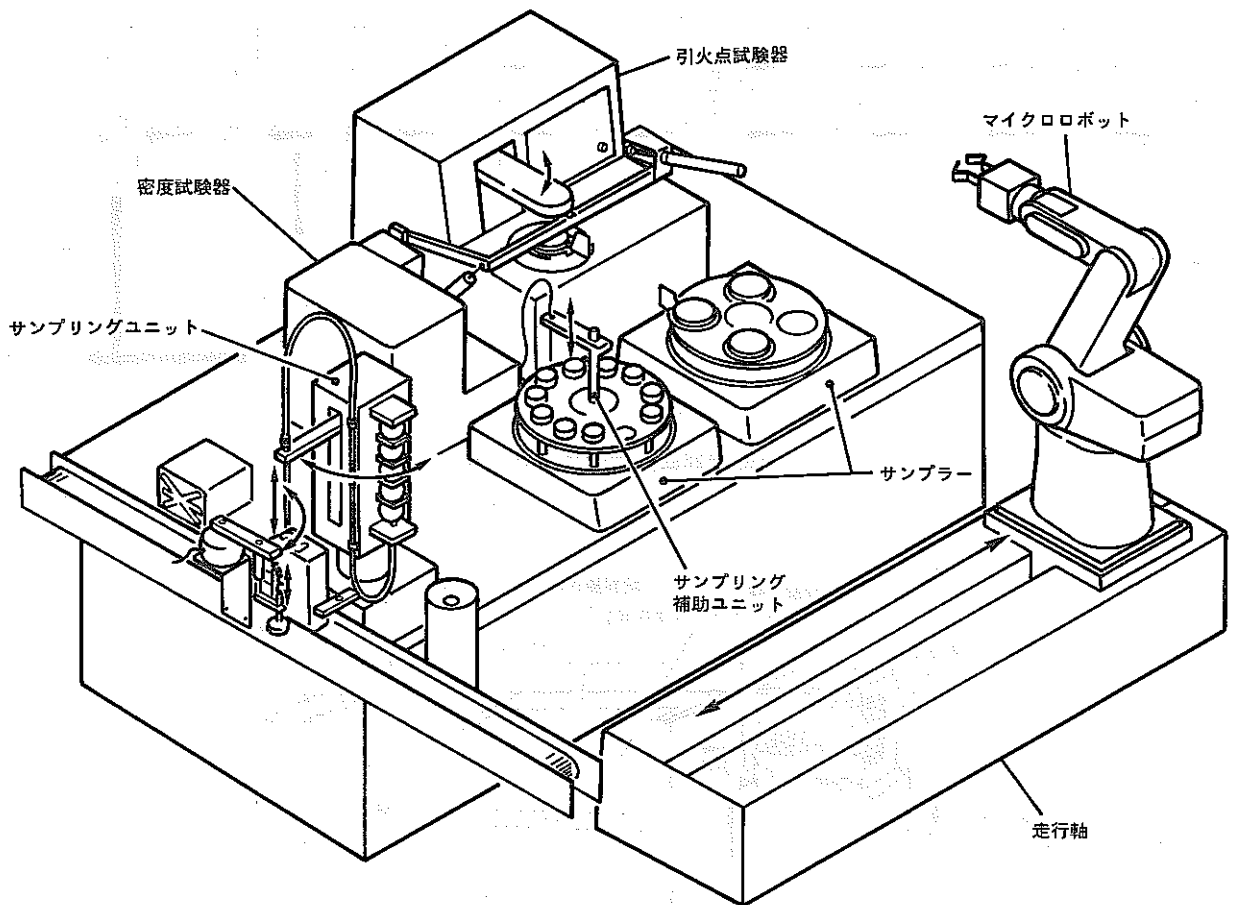
### (1) 製品の概要

製油所の試験室では、JIS試験法に定められている多種多様の石油の品質試験が行われている。

この試料の前処理、試験器への移送、試験器へのチャージ、試験作業、試験データを製品規格と照合判定して試験報告書を作成するデータ管理作業、などのすべてを自動化し、コンピューターで管理するシステム。

### (2) 組み込み標準ユニット

- ・ サンプラー
- ・ サンプリングユニット
- ・ マイクロロボット



石油品質試験室用LASの試験器付近の外観

### 5.3 酵素活性測定装置

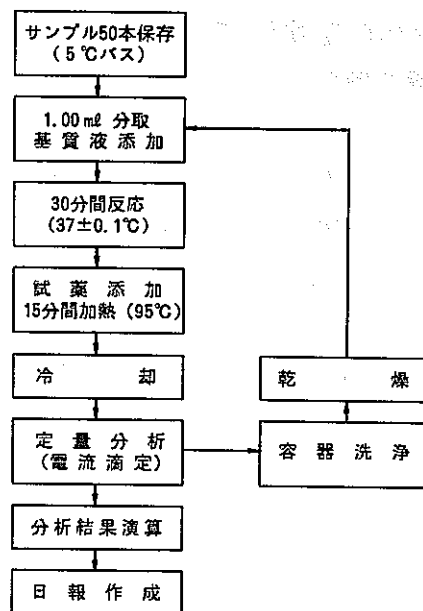
#### (1) 製品の概要

医薬品の製造工程に必要な酵素活性値を滴定法で自動測定し、結果をプリントアウトし、日報作成も行う。

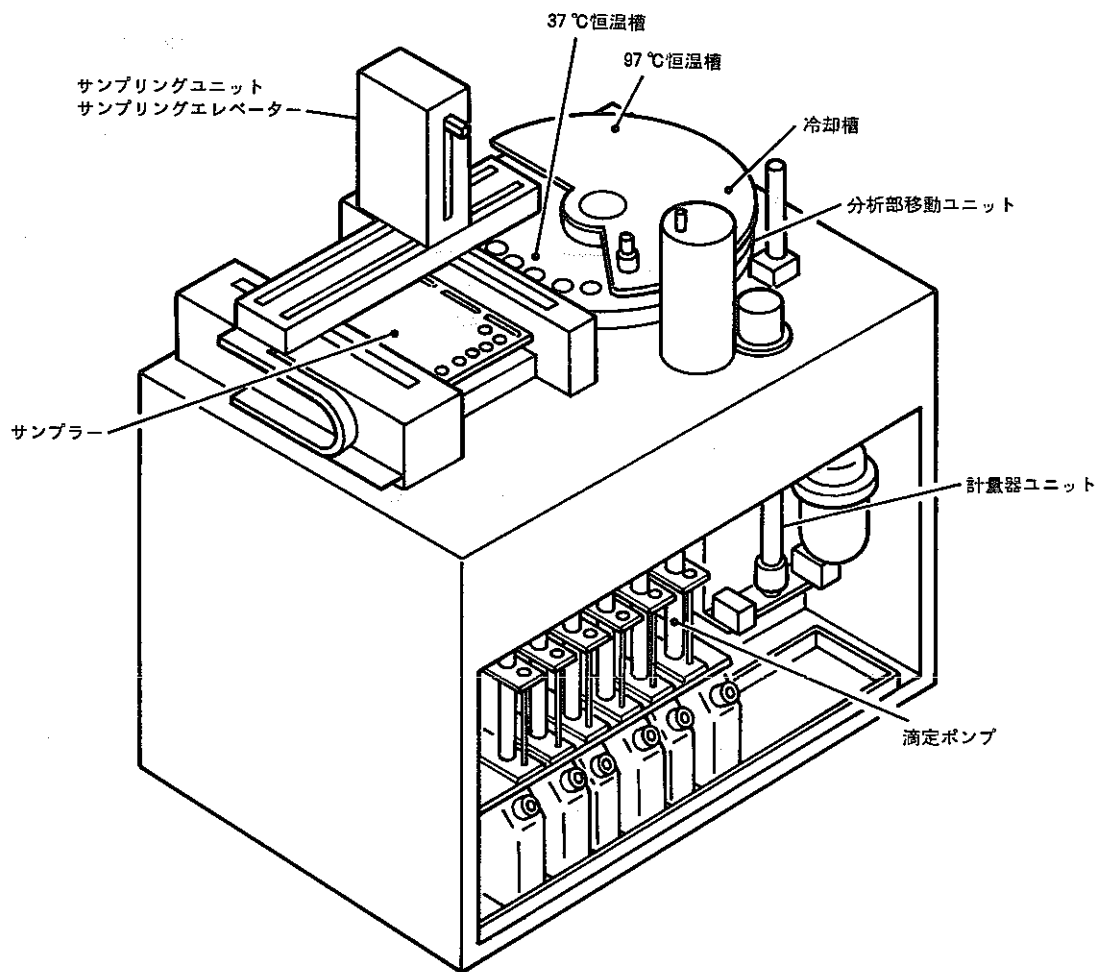
サンプラーの試料液を正確に採取して分析部へ移し、2種類の精密恒温バスを使用して酵素反応を行わせ、生成物の滴定分析を行って酵素活性値を算出する。

#### (2) 組み込み標準ユニット

- 滴定ポンプ
- 計量器ユニット
- サンプラー
- サンプリングユニット
- サンプリングエレベーター



分析フロー例



酵素活性測定装置分析部の外観

## 5.4 粉体の定量溶液化装置

### (1) 装置の概要

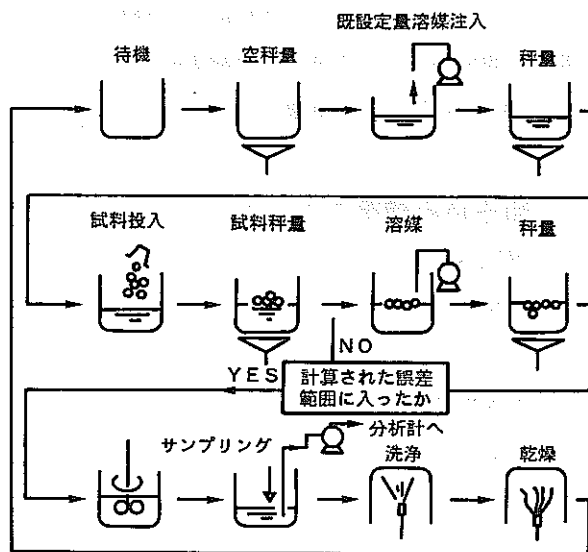
粉体試料をプロセスラインからサンプリングして定量分析するには、粉体の密度が一定しないため、定容量採取によらずに精密秤量が必要です。

この装置は、投入された試料のネット重量を秤量し、設定濃度にするための添加溶液重量を求め、その重量になるまで溶液を添加したのち、分析計へ供給します。

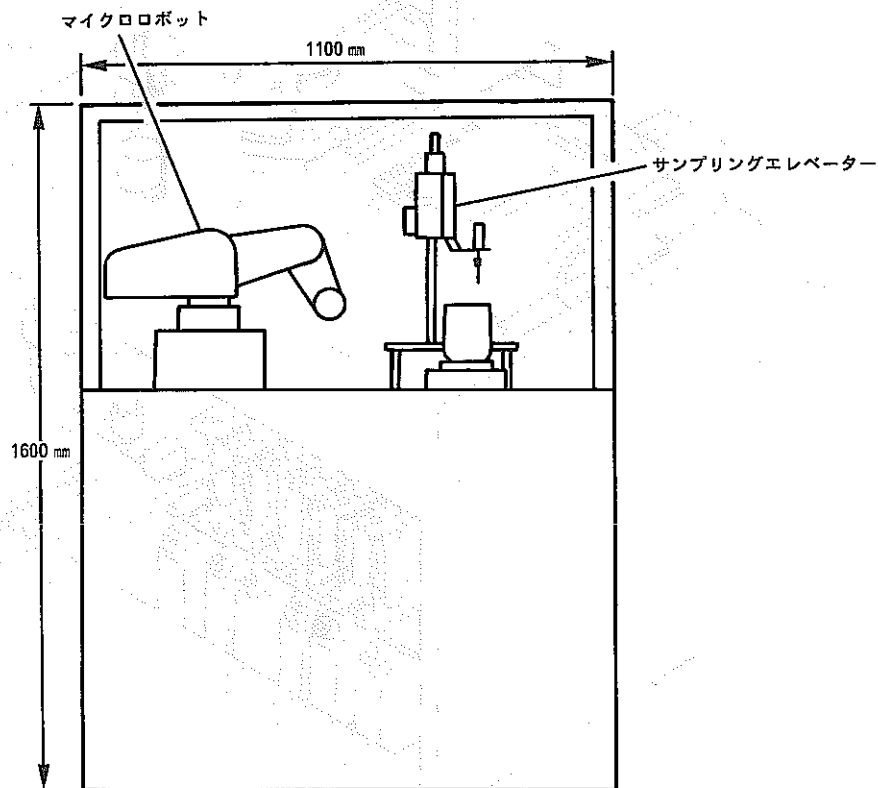
容器のハンドリングにマイクロロボットを使用しています。

### (2) 組み込み標準ユニット

- マイクロロボット
- サンプリングエレベーター



粉体の定量溶液化例



粉体の定量溶液化装置



TI-No74-01	1990. 2. 5	Ⓛ	新版

(文責 山下 直, E1 山根孝司)

S-949 Ⓛ 100

## DKK 電気化学計器株式会社

営業本部 〒180 東京都武蔵野市吉祥寺北町4-13-14 ☎(0422)55-1321  
営業1課☎(0422)55-1324 営業3課☎(0422)55-1328 営業5課☎(0422)55-7281  
営業2課☎(0422)55-1326 営業4課☎(0422)55-1320 営業6課☎(0422)55-1324  
本社・本社工場 〒180 東京都武蔵野市吉祥寺北町4-13-14 ☎(0422)53-5111  
東京工場 〒207 東京都東大和市桜が丘2-84-2 ☎(0425)63-5551  
山形工場 〒996 山形県新庄市大字福田字福田山711-109 ☎(0233)23-5011  
大阪支社 〒530 大阪市北区西天満3-6-28 オクダ西天満ビル ☎(06) 312-9739  
茨城営業所 〒312 茨城県勝田市東石川2-14-12 東石川ビル ☎(0292)75-7271  
千葉営業所 〒290 千葉県市原市五井2907 エイコービル ☎(0436)21-9322  
神奈川営業所 〒210 神奈川県川崎市川崎区宮本町6-1 高木ビル ☎(044)244-4781  
静岡営業所 〒416 静岡県富士市蓼原85-7 ソフィアビル ☎(0545)62-4140  
名古屋営業所 〒460 名古屋市中区大須4-16-16 名探第2記念橋ビル ☎(052)264-0702  
岡山営業所 〒712 岡山県倉敷市神田1-5-22 旭ビル ☎(086)444-2995

広島営業所 〒730 広島市中区上八丁堀7-5 ヒロティヒロシマビル ☎(082)223-4811  
四国営業所 〒760 高松市磨屋町5-9 プラタ59 ☎(0878)22-7322  
九州営業所 〒802 福岡県北九州市小倉北区若富士町1-10 アサヒビル ☎(093)941-1711  
長崎事務所 〒850 長崎市西山町3-191-10 ☎(0958)26-5188  
大分事務所 〒870-01 大分市大字鶴崎2020-3 ☎(0975)27-3039

### 取扱店

## DKK 電気化学計器株式会社

営業本部 〒180 東京都武蔵野市吉祥寺北町4-13-14 ☎(0422)55-1321  
営業1課☎(0422)55-1324 営業3課☎(0422)55-1328 営業5課☎(0422)55-7281  
営業2課☎(0422)55-1326 営業4課☎(0422)55-1320 営業6課☎(0422)55-1324  
本社・本社工場 〒180 東京都武蔵野市吉祥寺北町4-13-14 ☎(0422)53-5111  
東京工場 〒207 東京都東大和市桜が丘2-84-2 ☎(0425)63-5551  
山形工場 〒996 山形県新庄市大字福田字福田山711-109 ☎(0233)23-5011  
大阪支社 〒530 大阪市北区西天満3-6-28 オクダ西天満ビル ☎(06) 312-9739  
茨城営業所 〒312 茨城県勝田市東石川2-14-12 東石川ビル ☎(0292)75-7271  
千葉営業所 〒290 千葉県市原市五井2907 エイコービル ☎(0436)21-9322  
神奈川営業所 〒210 神奈川県川崎市川崎区宮本町6-1 高木ビル ☎(044)244-4781  
静岡営業所 〒416 静岡県富士市夢原85-7 ソフィアビル ☎(0545)62-4140  
名古屋営業所 〒460 名古屋市中区大須4-16-16 名探第2記念橋ビル ☎(052)264-0702  
岡山営業所 〒712 岡山県倉敷市神田1-5-22 旭ビル ☎(086)444-2995

広島営業所 〒730 広島市中区上八丁堀7-5 ビロテヒロシマビル ☎(082)223-4811  
四国営業所 〒760 高松市磨屋町5-9 プラタ59 ☎(0878)22-7322  
九州営業所 〒802 福岡県北九州市小倉北区若富士町1-10 アサヒビル ☎(093)941-1711  
長崎事務所 〒850 長崎市西山町3-191-10 ☎(0958)26-5188  
大分事務所 〒870-01 大分市大字鶴崎2020-3 ☎(0975)27-3039

取扱店

## 全シアン測定装置

XP-1415型

BS08-058

水中の全シアンを吸光光度法によって自動測定する装置です。

大別して操作制御部と分析部から構成されています。操作制御部は、マイクロコンピュータシステムを内蔵し、分析部の駆動制御及び測定データの処理を行い、測定値を表示するとともに、アナログ伝送信号(DC 4~20 mA)を出力します。分析部は、エア制御用電磁弁、試料計量器などの各ユニットから構成され、すべて操作制御部によって駆動、制御されます。

## 特 長

○JIS分析法に準じています。

JIS K 0102(工場排水試験方法)及び河川水質試験方法(案)の全シアンの測定方法(4-ピリジニカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法)に準じた分析法を採用しています。

○回路部分と接液部を分離してあります。

電気回路部分を含む操作制御部を上部に置き、接液部を含む分析部を下部に置いて明確に分離し、回路部分の信頼性を高めています。

○操作は対話方式です。

分析周期、反応時間などの測定条件は、液晶表示器を確認しながら、キー操作で設定することができます。

○分析シーケンスの組み替えも可能です。

現場の状況に合わせて、洗浄時間やその回路、圧力に合わせた計量時間の変更などを、テンキー及びファンクションキーによって組み替えることができます。

○異常発生時には警報信号を出力します。

分析部各ユニットの動作を内蔵しているマイクロコンピュータが常時監視しており、分析操作上の異常が発生すると、警報接点信号を出力するとともに、異常箇所を液晶表示器に文字で表示します。

○停電でもメモリーは消えません。

マイクロコンピュータのメモリー(RAM)をバッテリーでバックアップしていますので、停電などで電源が断となっても、濃度演算などで必要な数値の記憶は消えません。

○ご希望にそった設計が可能です。

複数の流路の試料を分析できるように経済性を高めたり、操作制御部と分析部を分離したタイプにすることもできます。



## 標準仕様

## ■総合仕様

製品名：全シアン測定装置

型名：XP-1415

測定成分：全シアン

測定範囲：CN<sup>-</sup>(シアンイオン)として0.1~2 mg/l

測定方法：CN<sup>-</sup>…4-ピリジニカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法

測定流路：1

測定精度：±5%FS以内(標準液の繰り返し性)

周囲温度：5~40℃

周囲湿度：80%以下(結露しないこと)

設置場所：屋内、直射日光を避ける。

## ■本体仕様

(1) 操作制御部…マイクロコンピュータシステム

C P U : Z80A

P R O M : 2764

R A M : 6264バッテリーバックアップ付き

キ ー : テンキー及びファンクションキー

液晶表示器：40けた、2行

(2) 分析部…構成ユニットは次のとおり。

空気制御用電磁弁：DC 24V駆動、マニホールド方式

接液用エア駆動弁：液部材質はPP、PTFE、及びバイトン

試料計量器：接液部材質はPVC、PTFE、バイトン、及び硬質ガラス

反応セル：接液部材質は、硬質ガラス、PVC。かくはん器はマイクロモーター回転翼方式

試薬ポンプ(比色吸引ポンプ)：

エア駆動ピストンポンプ

比色計：フローセル、単光路、干渉フィルター方式

蒸留槽：接液部材質は石英ガラス、ヒーター付き

(3) 塗装色…マンセル5Y 7/1

## ■ユーティリティー

### (1) 試料

圧力：0.5～1.5kgf/cm<sup>2</sup>

使用量：1測定当り500ml程度

温度：5～40℃

pH：6～8

共存成分：NO<sub>2</sub><sup>-</sup>……700mg/ℓ以下

酸化性物質……残留塩素 400mg/ℓ以下

還元性物質……含まないこと

多量の油脂類……含まないこと

### (2) 洗浄・希釈水

圧力：0.3～1.5kgf/cm<sup>2</sup>

純度：純水

使用量：1測定当たり約1ℓ

### (3) 計装空気

圧力：2～6 kgf/cm<sup>2</sup>

使用量：5N ℓ/min程度

### (4) 電源

電圧：AC 100±10V 50/60Hz

消費電力：約1 kVA

(5) ドレイン……大気圧開放、配管に立ち上がりがないこと。  
排液(1分析当り約1ℓ)は別途処理が必要。

(6) 接地の種類……第3種接地(接地抵抗値 100Ω以下)以上

## ■運転モード

(1) AUTO……設定された測定周期で、繰り返して試料を測定。測定周期は、1分析時間から999分までの範囲で設定可能。なお、1試料当たりの測定所要時間は約60分。

(2) MANUAL……操作制御部のキー操作によって、試料測定、標準液測定などを行う。

## ■出力信号

(1) アナログ出力……測定範囲に対してDC 4～20mAを出力。  
なお、この信号は、次回の測定が終了するまでホールドされる。

(2) 濃度異常警報出力……設定された(可変)上限値以上の測定結果が得られたときに、1点の警報信号を出力。  
(無電圧接点；容量はAC 100V 0.05A, DC 24V 0.2A)

(3) 装置異常警報出力……以下の装置異常を一括して1点の警報信号を出力。  
(無電圧接点；容量はAC 100V 0.05A, DC 24V 0.2A)  
空気圧低下、試料水断、洗浄水断、試薬不足、電源断、比色計異常

## 測定原理

JIS K 0102の全シアン測定方法に準じ、pH 2以下で蒸留したのち、4-ピリジンカルボン酸-ピラズロン吸光度法によって測定します。

① 試量を一定量採取し、希釈水によって計量器の洗浄を兼ねて、蒸留槽へ圧送します。

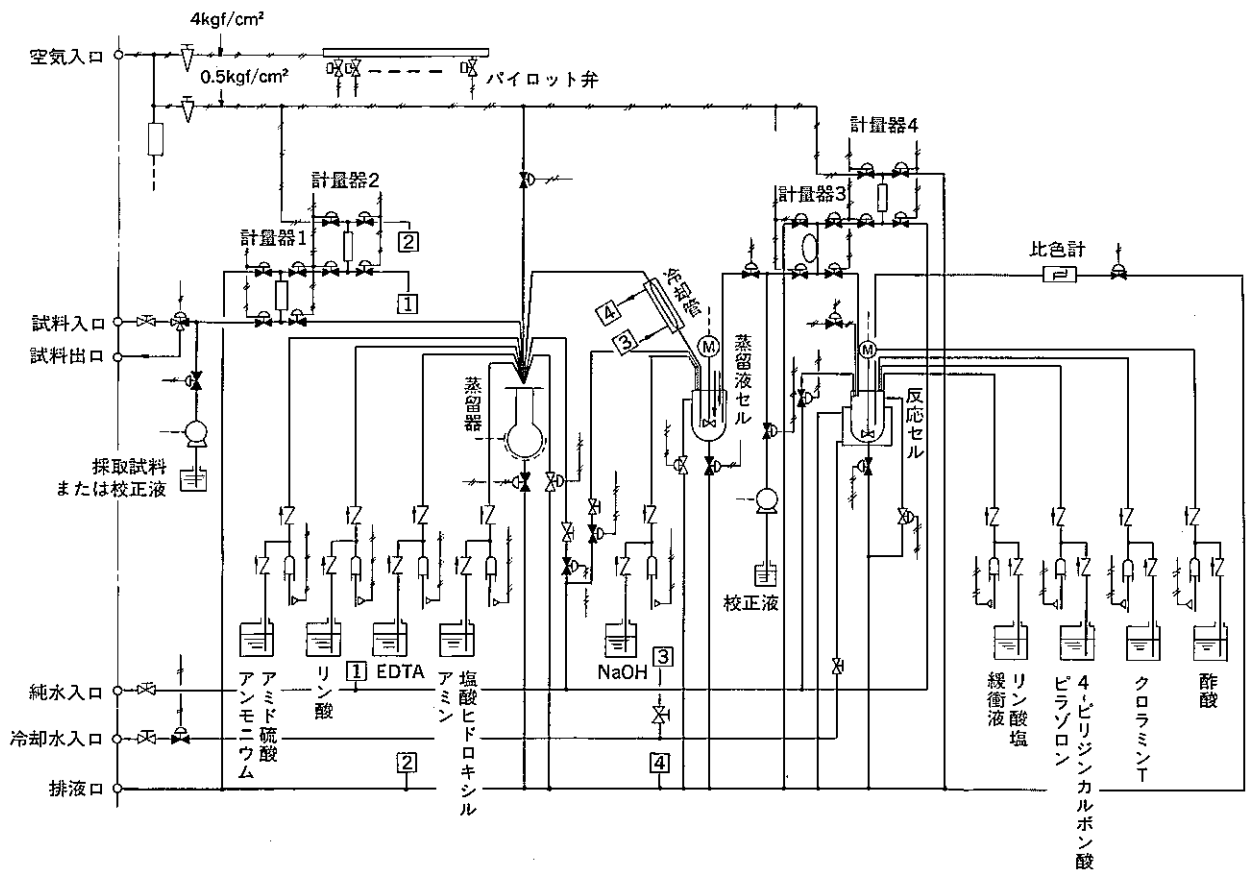
② 塩酸ヒドロキシルアミン、アミド硫酸アンモニウム溶液、りん酸、EDTA溶液を加えたのち蒸留します。留出液は、水酸化ナトリウム溶液中に入ります。

③ 蒸留が終わったのち、留出した試料を一定量採取し、希釈水によって試料計量器の洗浄を兼ねて、反応セルに圧送します。

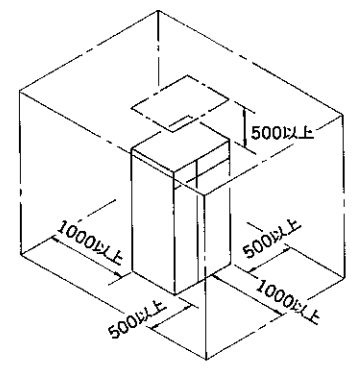
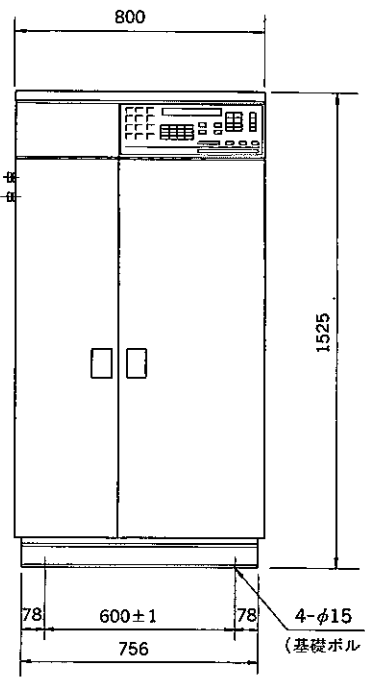
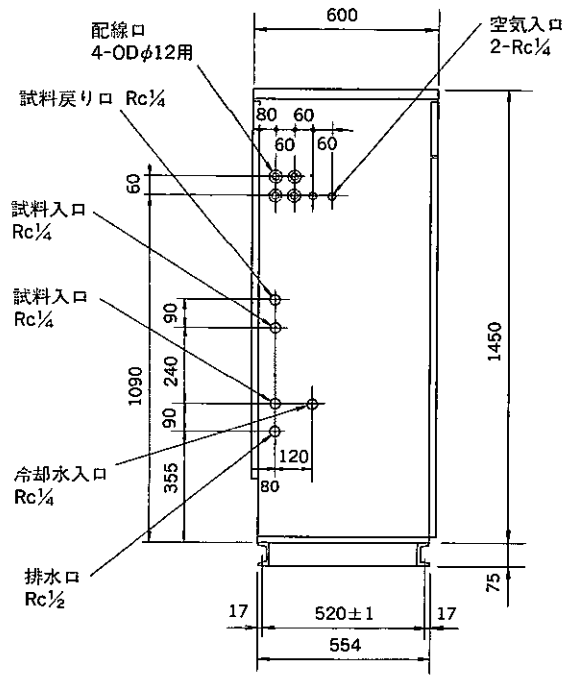
④ 次に、りん酸塩緩衝液(pH7.2)10mlとクロラミンT溶液0.5mlを加えて5分間反応させたのち、4-ピリジンカルボン酸-ピラズロン溶液10mlを加え、冷却水浴中で30分間放置します。

⑤ 溶液の一部を吸収セルに導入し、波長640nm付近の吸光度を測定します。

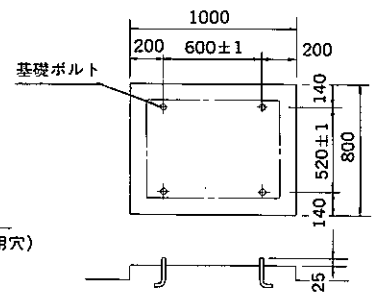
フローシート



**外形寸法図** 単位：mm  
一般公差：±10



メンテナンススペース



基礎図

**DKK 電気化学計器株式会社**

営業本部 〒180 東京都武蔵野市吉祥寺北町4-13-14 ☎(0422)55-1321  
 営業1課☎(0422)55-1324 営業3課☎(0422)55-1328 営業5課☎(0422)55-7281  
 営業2課☎(0422)55-1326 営業4課☎(0422)55-1320 営業企画課☎(0422)55-1335  
 本社・本社工場 〒180 東京都武蔵野市吉祥寺北町4-13-14 ☎(0422)53-5111  
 東京工場 〒207 東京都東大和市桜が丘2-84-2 ☎(0425)63-5551  
 山形工場 〒996 山形県新庄市大字福田字福田山711-109 ☎(0233)23-5011  
 大阪支社 〒530 大阪市北区南森町1-4-19 サウスホレストビル ☎(06) 312-9736  
 茨城営業所 〒312 茨城県勝田市東石川2-14-12 東石川ビル ☎(0292)75-7271  
 千葉営業所 〒290 千葉県市原市五井2907エイコービル ☎(0436)21-9322  
 神奈川営業所 〒210 神奈川県川崎市川崎区宮本町6-1 高木ビル ☎(044)244-4781  
 静岡営業所 〒416 静岡県富士市夢原85-7ソフィアビル ☎(0545)62-4140  
 名古屋営業所 〒460 名古屋市中区大須4-16-16 名探第2記念橋ビル ☎(052)264-0702  
 岡山営業所 〒712 岡山県倉敷市神田1-5-22 旭ビル ☎(0864)44-2995

広島営業所 〒730 広島市中区上八丁堀7-5 ピロティヒロシマビル ☎(082)223-4811  
 四国営業所 〒760 高松市磨屋町5-9 プラク59 ☎(0878)22-7322  
 九州営業所 〒802 福岡県北九州市小倉北区若富士町1-10 アサヒビル ☎(093)941-1711  
 長崎事務所 〒850 長崎市西山町3-191-10 ☎(0958)26-5188  
 大分事務所 〒870-01 大分市大字鶴崎2020-3 ☎(0975)27-3039

**取扱店**