

分置

オンラインカバースガスモニターの確性試験(I)

— 装置の製作および性能試験 —

1982年4月

動力炉・核燃料開発事業団

複製又はこの資料の入手については、下記にお問い合わせください。

〒311-13 茨城県東茨城郡大洗町成田町4002

動力炉・核燃料開発事業団

大洗工学センター システム開発推進部・技術管理室

Enquires about copyright and reproduction should be addressed to: Technology Management Section O-arai Engineering Center, Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation 4002 Narita-cho, O-arai-machi, Higashi-Ibaraki, Ibaraki-ken, 311-13, Japan

動力炉・核燃料開発事業団 (Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation)

オンラインカバースガスモニターの確性試験(I) 装置の製作および性能試験

飯島 稔* 小林 孝良*
秋山 孝夫** 高荷 智*

要 旨

試作オンラインガスクロマトグラフの基礎試験結果に基づき改良型のオンラインカバースガス計測装置を設計、製作し、その作動試験、性能および耐久性について試験を実施した。

主な結果は次の通りである。

- (1) データタイプライター、X-Yプロッターおよび監視盤のデータ表示、警報発信等の諸機能は、設計仕様上の性能を十分満足しうることを確認した。
- (2) 合成標準ガスを用い45日間の連続計測を2回実施し、オンラインカバースガス計測装置のソフトウェア関係は、正確に動作することを確認した。
- (3) 相対感度較正法は、従来の絶対較正法と同等の検量線勾配が得られることがわかった。また、較正に要する時間および標準ガス試料調製に要する時間は絶対較正法と比べ、それぞれ1/4および1/6と大幅に短縮できた。
- (4) 本試験中に3件のトラブルが発生したが、いずれも初期的な単純故障で定期点検により回避できるものであった。

* 大洗工学センター，ナトリウム技術部，ナトリウム分析室

** " ， (現) 高速実験炉部，技術課

Apr. 1982

Confirmation Tests of On-line Cover Gas Monitor (1)

Fabrication of Equipment and Performance Tests

Minoru Iijima* Takayoshi Kobayashi*
Takao Akiyama** Satoru Takai*

Abstract

Based on the results of basic function tests with an experimental on-line gas chromatograph, the improved on-line cover gas monitor was fabricated, and examinations were conducted to confirm actuation, performance and durability of this monitor.

The results are summarised as followed;

- (1) It was confirmed that each functions of data typewriter, X-Y plotter and monitor panel, contained data display and alarm sending, etc., satisfied its specifications.
- (2) It was confirmed that the program of this monitor was correctly actuated during 2 times of continuous monitoring for 45 days period.
- (3) It was found that the slope factors of calibration curves obtained by the relative sensitivity method and the former absolute sensitivity method almost agreed. Using the relative sensitivity method, the required time to calibrate and to make the standard gas samples could be shorten to 1/4 and 1/6, respectively.
- (4) Three troubles occurred during this test. However, these troubles will be able to avoid by regular inspection because these are essentially simple accidents.

* Sodium Chemistry Section, Sodium Engineering Division, O-arai Engineering Center, PNC.

** Reactor Technology Section, Experimental Fast Reactor Division, O-arai Engineering Center, PNC.

目 次

1. まえがき	1
2. 装 置	2
2.1 概 要	2
2.2 検出測定部	2
2.3 計測制御表示部	5
3. データ処理	8
3.1 概 要	8
3.2 プログラム	8
3.3 データ処理装置の機能	8
4. 試験方法	10
4.1 サンプルシステムのパフォーマンス確認	10
4.2 相対感度による校正法の検討	11
4.3 耐久性試験	11
5. 結果と考察	13
5.1 サンプルシステムのパフォーマンス確認	13
5.2 相対感度による校正法の検討	14
5.3 耐久性試験	14
6. ま と め	16
7. 今後の検討事項	17
8. 謝 辞	17
9. 参考文献	18

附 録 —— 操 作 法 ——

List of Figures

- Fig. 1 Blockdiagram of On-line Cover Gas Monitor
- Fig. 2 On-line Cover Gas Monitor
- Fig. 3 Schematic Diagram of Cover Gas Monitoring System I
- Fig. 4 Schematic Diagram of Cover Gas Monitoring System II
- Fig. 5 Time Chart of Measurement Program for Secondary Cover Gas (Sampling System I)
- Fig. 6 Time Chart of Measurement Program for Secondary Cover Gas (Sampling System II)
- Fig. 7 Residual Percentage of High Concentration Gas
- Fig. 8 Operating Condition and Troubles of On-line Cover Gas Monitor
- Fig. 9 Output Data of Chromatopac (C-RLA)
- Fig. 10 Output Dat of Typewriter
- Fig. 11 Output Data of X-Y Plotter

List of Table

- Table 1 Comparison of Measuring Data Obtained by Different Calibration Method

1. まえがき

高速炉カバーガスのオンライン計測はナトリウム中不純物のオンラインモニタリングと共に、その必要性が高まっている。

カバーガスのオンライン計測は従来法と比較し煩雑なサンプリング操作を必要とせず、サンプリングに伴う試料そのものへの汚染がないこと、連続測定によりカバーガス中の不純物の動向を常時監視できるので系内での異常発生早期検出およびその対策への速応性があるなど多くの利点を有する。

海外では、西独のKNK-1,¹⁾ 米国のHEDL,²⁾ EBR-II^{3) 4)} においてカバーガスのオンライン計測を実施しており貴重な結果を得ている。例えば、カバーガス中の酸素、窒素（以下 O_2 , N_2 と記す）の増加は燃料取扱い作業によって空気成分が炉内に漏洩したものであること、水素、メタン（以下 H_2 , CH_4 と記す）の増加は、ナトリウム循環ポンプの潤滑油がナトリウム中に混入したものであることを確認しており、カバーガス中に増加する不純物成分とその生成源との相関を把握するなど、オンライン計測の有用性が実証されている。

筆者らは、先にカバーガス採取容器に採取したカバーガス中の不純物をガスクロマトグラフ（以下GCと記す）で分析する方法を開発し、^{5) 6)} 高速実験炉「常陽」のカバーガス純度管理分析に適用してきた。さらに、これらの経験を踏まえてカバーガスのオンライン計測に関する開発研究を推進してきた。^{7) 8)}

これまでに実施したオンライン計測法 Phase I⁷⁾ および Phase II⁸⁾ 試験では、オンラインGCを試作し、これを用いてその最適操作条件、データ処理機の設定パラメータなどの基礎特性ならびに連続計測による各機器の耐久性等を明らかにしてきた。

本試験は上記試験で得た知見に基づき、新たに検出測定部と計測制御表示部から構成される改良型オンラインカバーガス計測装置を設計・製作し、実験室サイドでの諸性能確認試験を経たのち本装置の高速実験炉「常陽」への設置およびそこでのカバーガス連続分析による耐久性試験を行うことを目的としたものである。

本報告書は、上記試験目的のうち実験室での装置の作動試験、諸性能および耐久性を確認するため約4箇月間の連続計測による確性試験結果をとりまとめたものである。

2. 装 置

2.1 オンラインカバーガス計測装置の概要

本装置は、検出測定部と計測制御表示部からなっており、両者は遠隔操作用の信号ケーブルで接続されている。

検出測定部は、ガスクロマトグラフ、サンプリングシステムおよびプリアンプ等で構成され、一方、計測制御表示部は、データー処理装置、端末データー処理機（以下、クロマトパックと記す）、磁気ディスク記憶装置、テープリーター・パンチャー、タイプライター、X-Yプロッターおよび監視盤等で構成されている。

検出測定部では、一定周期で自動採取したカバーガス試料についてそれに含まれる不純物を各成分ごとに分離・検出する。検出信号は、プリアンプで増幅され計測制御表示部へ伝送される。計測制御表示部では、検出信号から各成分濃度を演算し、記憶する。また、記憶すると同時に、その成分濃度を監視盤へデジタル表示する。成分濃度に異常がある場合は、監視盤に付設した警報ブザーおよび警報ランプの点灯で確認できる。

測定データーは、指定した分析回数が終了するごとにタイプライターに打出される。

本装置のブロックダイアグラムをFig. 1に、およびその外観をFig. 2に示した。

2.2 検出測定部

(1) ガスクロマトグラフ（島津製作所社製）

本装置は、カバーガス試料中の不純物（ H_2 , O_2 , N_2 , CH_4 , CO , CO_2 ）を分離・測定する装置である。

本装置は、遠隔操作にて作動できるように市販品を改造したもので、カラム恒温槽、キャリアーガス流量制御部、熱伝導度検出器およびカラム温度、検出器温度、検出器供給電流等を制御するためのベーシックユニットならびに自動サンプリングコックとその恒温槽で構成されている。

次に各部の仕様を示す。

型式：GC-4CIT

① キャリヤーガス流路

デュアルカラム流路によるディファレンシャル操作

② キャリヤーガス流量制御器

デュアルカラム流路の各調圧器により制御する。

・カラム入口圧力調圧範囲：0～6 kg/cm²

③ カラム

ステンレススティール製コイル状カラム

◦モレキュラーシーブ5A充填カラム：内径3mm^φ，長さ2m

◦活性炭充填カラム：内径3mm^φ，長さ1m

④ カラム恒温槽（強制熱風循環方式）

◦制御温度範囲：室温～400℃

◦温度精度：±0.1℃

◦温度検出：クロメルアルメル熱電対（0.65mm^φ×1m）

⑤ 熱伝導度検出器

熱伝導度検出器は、タングステンレニウムフィラメント4素子構成の半拡散形を採用している。制御部は、フィラメントに電流を供給するための直流定電圧部と検出器恒温槽の温度制御回路、検出器信号を記録するための減衰器などから構成されている。

◦検出器恒温槽

制御温度範囲：室温～400℃（過熱防止用安全装置付）

温度設定：マルチダイヤルによる直示

温度精度：±0.1℃以下

◦検出器セル

セルブロック：ステンレススティール製

フィラメント：タングステンレニウム製，100Ω4素子

◦制御部

供給電流制御方式：50～200mA可変

レンジ切換：1，2，4，8，16，……1024，∞，12段切換

定電圧制御方式：出力電圧9～35V，安定度±0.02%以下

(2) プリアンプ（島津製作所社製）

プリアンプは、GCの熱伝導度検出器の信号を増幅するために用いた。

型式：AMP-7

◦増幅度：10倍（20dB）

◦方式：チップング方式

◦アテネーション：1，2，4，8，16，……1024，∞，12段切換

◦入力インピーダンス：1MΩ（DC）以上

◦ドリフト：0.5μV/h以下（室温一定）

◦ノイズ：0.5μV（入力短絡）

(8) 自動ゼロ点調整器 (島津製作所社製)

本装置は、GCのベースラインのゼロ点の変動した場合、外部からの信号によってベースラインをゼロ電位に調整するために使用した。

型式：AZA-1

- ゼロ点調整範囲：± 50 mV 以下
- オフセット：最大± 5 μV
- 補正時間：10sec

(4) 希ガス高純度精製装置 (日本パイオニクス社製)

キャリアガス用アンゴン中の不純物を除去し、一定純度のガスを得る装置である。

型式：RT-003-DH (特注品)

- 適用ガス：Ar, He,
- 除去不純物：H₂, O₂, N₂, H₂O
- 精製能力：30 Nℓ/hr
- 精製ガス中の不純物：H₂, O₂, N₂, H₂O…………… 0.1 ppm 以下

(5) サンプルングシステム (島津製作所社製)

本システムは、クロマトパックの系統信号で校正ガスおよびサンプルガスを選択しガスクロマトグラフへ導入する装置である。

本システムは、2系統あり、1つは、通常のサンプルング (常陽二次系カバーガスのサンプルングを含む) 用で、他方は常陽一次系用としてシステム内部を真空排気できるよう配慮してある。

本システムのフローシートをFig. 3, 4に示す。またシステムを使用した場合の分析タイムチャートをFig. 5, 6に示した。

次に各系統の仕様を示す。

① サンプルングシステム(I)……………通常サンプルング用

- 電磁弁：一般常時閉型 4個
- ニードルバルブ：4個
- 配管及び口径：SUS 304, 1/4" および 1/8"
- 継手：スウェーじロック 材質 SUS 316

② サンプルングシステム(II)……………常陽一次系用

本システムを使用する場合は、自動サンプルングコックとの接続をシステム(I)とすげ替える。

- 電磁弁：高真空用常時閉型 7個
- 高真空用常時開型 1個

◦真空ポンプ：方式 油回転式

到達真空度 10^{-3} Torr

排気速度 50 ℓ/min

2.3. 計測制御表示部

(1) データ処理装置（日本データゼネラル社製）

本データ処理装置は、中央処理装置およびインターフェースから構成され、算術論理演算処理および情報の記憶、読み出し、書き込み処理を行っている。

型式：NOVA 3/12

- 記憶語長：16ビット（+1パリティビット）
- 記憶容量：32 KWD
- 演算語長：16ビット+キャリ・1ビット
- 演算方式：並列2進，2の補数形式
- サイクルタイム：1μsec.
- 最大転送速度：入力1.1MHz，出力0.9MHz
- 動作温度範囲：0～55℃

(2) 磁気ディスク（日本データゼネラル社製）

型式：5947B

- 総記憶容量：4.7 MWD
- 総トラック数：1,632
- 総セクター数：19,584
- ディスク回転数：2,400 rpm ± 2.5%
- 平均回転待ち時間：12.5 ms
- 平均ヘッド位置決め時間：45 ms
- 動作温度：15～35℃

(3) テープリーダー（日本データゼネラル社製）

型式：4011 BN

- 読み取り方式：光電式並列
- 読み取り速度：400文字/秒
- 駆動・停止方式：キャプスタン・ローラーおよびマグネットブレーキ

(4) タイプライター（日本データゼネラル社製）

型式：6042 P（パンチャー含む）

- 印字速度：30文字/秒

- 読み取り速度：30文字/秒
- 穿孔速度：30文字/秒
- 印字桁数：132文字/行
- 動作温度範囲：10～40℃

(5) X-Yプロッター（米岡，ヒューレットパッカード社製）

計算結果をグラフとして作図する。横軸に時刻，縦軸に濃度を取り，成分別に濃度変化をプロットする装置である。

型式：9872 A

- プロット範囲：縦280mm，横400mm
- ペン速度：最大360mm/sec（軸方向）
- プロット精度：±0.2mm
- 動作温度：0～55℃

(6) クロマトパック（島津製作所社製）

本装置は，記録計，データ収集機能，各種演算機能およびサンプリングコック切換，カラム切換，バルブの作動等を制御するコントロール信号の発信機能を有する。またデータ処理装置からの信号によって必要なデータを伝送するために使用される。

型式：C-R1A

- 入力電圧範囲：-5mV～1V
- 入力インピーダンス：10MΩ
- 処理ピーク数：最大339ピーク
- 処理可能ピーク幅：最小0.2sec
- リテンションタイム：最大6ケタ（min.）
- ピーク面積：最大10ケタ（μV・sec）
- ピーク高さ：最大7ケタ（μV）
- 同定ピーク数：最大163ピーク
- 記録方式：感熱式プリンタプロッタ
- ペンスピード：0.89sec/フルスケール，57文字/sec
- ダイナミックレンジ：10⁶
- 積分感度：1μV・sec
- 直線性：±0.1%以内

(7) 監視盤（島津製作所社製）

本装置は，試料の測定番号および試料中の不純物の各成分の計測値をデジタル表示するものであり，ある成分の計測値がプログラムであらかじめ設定した濃度を越えたときは，その

成分に相当する警報ランプを点灯すると同時に警報ブザーによって異常を知らせるアラーム機構を備えている。

- 寸 法：700 H × 500 W (mm)
- 計測値表示方式：発光ダイオードによる7セグメント
- 文字高さ：26 mm
- ラ ン プ：白熱ランプ8個，発光ダイオード14個
- スイッチ：プッシュスイッチ3個，トグルスイッチ12個

3. データ処理

3.1 概 要

本計測装置のデータ処理は、GC専用のデータ処理機であるクロマトパック(C-R1A)と科学計算用ミニコンピューター(NOVA 3/12)を使用したデータ処理装置によって行なわれる。

クロマトパックは、GCからの信号を受取り、ピークの検出やベースライン変動の補正などの波形処理を行なうと共にサンプリングシステム等の作動を制御する機能を有している。

データ処理装置は、波形処理したデータをもとに含有不純物成分の定数計算を行ない、その結果を磁気ディスク記憶装置に記憶する。記憶されたデータは、プログラムまたは、手動指示により、タイプライター、X-Yプロッター等から任意に出力させることができる。

3.2 プログラム

(1) タイムプログラム

GCから出力されるピーク信号を自動的に読取り、波形処理、定性定量に必要な各種計算を実行し、その結果を自動的にクロマトグラムと共に記録計に印字して表示するプログラムである。

本プログラムは、クロマトグラムの読取り、波形処理等のプログラム内容を変更する場合は、別にプログラムを作成して行なう。これらの内容の異なるプログラムの入力数は8組まで入力可能である。

また、これらの処理プログラムと別に分析条件、検量線登録等の各種計算に必要なプログラムを有し、さらにサンプリングおよびサンプリングに必要なコントロール信号の発信プログラム等も有している。

(2) オートプログラム

分析条件またはデータ処理内容を変更したい場合に、登録されている数種類のタイムプログラムを組合せて自動的に実行するプログラムである。

3.3 データ処理装置の機能

本データ処理装置は、ミニコンピューターを中央処理装置として使用し、外部インターフェースとして磁気ディスク記憶装置、X-Yプロッター、タイプライター等で構成されている。

本データ処理装置のプログラムは、装置(システム)対オペレーターとの対話により各種のプログラムを実行するもので、装置への指令は、タイプライターのキーボードまたは紙テー

ブ等で行なう。

GCから転送されたピーク番号は、クロマトパックで積分され、デジタル化される。次に、データ処理装置へ伝送され、あらかじめ登録されている補正係数にて各成分の濃度が計算される。得られたデータは、磁気ディスクに記憶されると共に監視盤へ濃度、測定No.等が表示される。

また、印字指定回数に相当する数の測定が終了すると記憶されていたデータが順次読出され平均値、標準偏差、変動率および最少、最大測定値等が計算されてタイプライターに打出される。なお、指令により、X-Yプロッターおよび紙テープにも出力される。

以下に本データ処理装置で用いられる主な計算式を示す。

◦標準偏差

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n}}$$

n : 分析回数 X_i : 計測値 \bar{X} : 平均値

◦変動率

$$CV = \frac{\sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}}{\bar{X}} \times 100$$

n : 分析回数 X_i : 計測値 \bar{X} : 平均値

◦分析結果

$$DATA = AREA \times FACTOR$$

AREA : クロマトパックから伝送されてくるピークの面積値

FACTOR : CPUに登録されている各成分の検量勾配

4. 試験方法

本試験は、新たに設計、製作した改良型オンラインカバーガス計測装置の諸性能および耐久性を確認するものである。本試験におけるGCの設定条件およびクロマトパックのピーク波形処理条件等は、Phase I 試験⁷⁾にて得られた諸条件を用いる。

試験方法を以下に示す。

4.1 サンプリングシステムの性能確認

本装置の検出測定部には、「常陽」一、二次系カバーガスへの設置を考慮した2系統のサンプリングシステムがある。(Fig. 3.4) これらシステムの動作性能を確認し実用上の知見を得る。

(1) 電磁弁の作動状況

サンプリングシステムⅠ、Ⅱのそれぞれの電磁弁について手動およびプログラムによる自動運転が確実にこなわれているかどうかを確認する。

(2) 一次系カバーガスサンプリングシステムの真空排気効果の検討

高速実験炉「常陽」の一次系カバーガス中には、種々の放射性ガスが含まれているため、これを直接大気へ放出することはできない。したがって、本計測装置の一次系カバーガスサンプリングシステム(システムⅡ)のガス放出口は、全て廃ガス処理系へ接続できるように製作した。このため、サンプリングシステムのガス配管は複雑となり、死容積を大きくする結果となった。

比較的大きな死容積がシステム内に存在すると、サンプリングしたガスの一部がそこに滞留し、次にサンプリングしたガスの分析に影響を及ぼす恐れがある。

この対策として、計測終了後、サンプリングシステムのガス配管内に残留したガスを真空ポンプで強制的に排気してしまう方法をとった。

本試験では、高濃度(濃度既知)の不純物を含むガスを計測後に上述の排気操作を行ない、引続き低濃度(濃度既知)の不純物を含むガスを計測することによって、真空排気効果をしらべる。

〔試験条件〕

	試料ガスの濃度 (単位: ppm)				
	H ₂	O ₂	N ₂	CH ₄	CO
高濃度	6.9	54	112	31	94
低濃度	0.6	2.6	11	3.4	5.9

○真空排気時間: 1 min

4.2 相対感度による校正法の検討

従来、カバーガス中に含まれる不純物の定量は、標準ガス試料によって各成分ごとの検量線勾配を求め、これを基に算出してきた（以下、絶対校正法と記す）。しかし標準ガス試料中の O_2 および N_2 濃度は、前報⁸⁾で示したように標準ガス試料調整後の経時変化が大きいため、校正毎に検量線勾配が変化してしまうこと、また一つの標準ガスを長期間校正に使用することが、できなかった。

一方、不純物測定における各成分の感度は、同一条件下では各々の成分のもつ固有の熱伝導度に依存するため、これらの成分の相対感度はある一定の値となる。したがって、ある特定の成分に対する相対感度をあらかじめ求めておけば、以後の校正は特定の成分のみ含む標準試料で実施することによって他の成分の検量線勾配も得られることになる（以下、相対感度校正法と記す）。

本試験では、標準ガス試料調整後の経時変化がほとんどない H_2 を基準成分として、他の各成分の検量線勾配を求める。得られた検量線勾配と、絶対校正法での検量線勾配を用いて同一の合成標準ガスを計測し、その定量値を比較する。同時に、本相対感度校正法における校正時間および標準ガス試料調製時間の短縮効果についても併せて検討する。

〔試験条件〕

○校正に使用する標準ガス試料濃度（単位：ppm）

	H_2	O_2	N_2	CH_4	CO
相対感度校正法	8.8	—	—	—	—
絶対校正法	6.9	54	112	31	94

○校正計測回数：両校正法共に3回計測

4.3 耐久性試験

供試ガスに合成標準ガスを用いて約2箇月間の連続計測を2回実施し、GCおよびデータ処理装置等の諸性能の評価を行なうと共に、システム全体の耐久性を確認する。

- (1) 連続計測期間中、本計測装置のソフトウェア関係が正常に実行するかどうかを確認する。
- (2) クロマトパックが計測毎におけるクロマトグラムの作図およびデータ処理装置へのデータ伝送等を正確に行なうかどうかを確認する。
- (3) 測定成分のカラムへの保持時間の変動および各ピークの分離状態などからカラムの性能低下の有無を検討評価する。
- (4) 熱伝導度検出器が劣化すると検出器感度が低下し検量線勾配に変化を生じる。このことから連続計測中の検量線勾配を観察することで熱伝導度検出器の劣化の有無を調査する。
- (5) キャリヤガス精製装置の精製能力が低下すると、 O_2 のクロマトグラムピークが反転するということが知られている。⁸⁾ このことから連続計測中の O_2 ピーク形状を観察し、長時間

連続使用による精製カラムの劣化の有無を調査する。

- (6) 計測データの作表、作図などの性能特性を確認すると共に、それらの機器の健全性を確認する。
- (7) 監視盤での計測値のデジタル表示およびランプ、ブザー等の作動状況を確認する。

5. 結果と考察

5.1 サンプリングシステムの性能確認

(1) 電磁弁の作動試験

- ① サンプリングシステムⅠおよびⅡで用いられている電磁弁を、手動スイッチにて繰返し約 120 回作動させた。その結果、各電磁弁は、正常に動作し、健全であることが確認できた。
- ② クロマトパックに電磁弁作動のタイムプログラムを入力し、その信号により電磁弁を 4 箇月間自動運転させた。その結果、各電磁弁は、タイムプログラムに従って正常に動作し、クロマトパックのタイムプログラム設定機能ならびにその信号系統に異常のないことが確認できた。

以上の結果から、本サンプリングシステムは、自動、手動いづれでも正常に動作することが確認できた。

(2) 一次系カバーガスサンプリングシステムの真空排気効果の検討

高濃度の不純物を含むガスを計測後、引続き低濃度の不純物を含むガスを計測し、ガス切換時の真空排気効果について調べた。

その結果を Fig. 7 に示した。

- ① 高濃度ガス計測後、サンプリングシステム系内を真空排気せずに、引続き計測した低濃度ガス各成分の計測値は、調製濃度値（以下、真値と記す）より高い値を示し計測回数が進むに従って徐々に真値に近づいてくる傾向が認められた。

これは、サンプリングシステム内配管が複雑なので残留した高濃度ガスが低濃度ガスによって置換されるまでに時間を要したためと考える。

- ② 計測値が真値を示すまでに要する時間は、成分によって異なることがわかった。

残留した高濃度ガスが置換されるまでの時間、すなわち低濃度ガスの真値を示すまでに要する時間を計測回数で表わすと H_2 および CH_4 : 2 回, O_2 : 4 回, N_2 : 6 回, CO : 1 回目の計測でそれぞれ真値を示した。

- ③ サンプリングシステム系内を真空排気した場合、含まれる全ての成分濃度は、1 回目の計測から真値を示した。

以上の結果から、サンプリングシステムⅡを使用し、濃度の異なるガス試料を計測する場合は、必ず系内を排気しなければならないことがわかった。

サンプリングシステムⅠについても同様のテストを行なったが高濃度ガスによる影響は、全くみられなかった。

5.2 相対感度による校正法の検討

H₂を基準成分とした相対感度校正法と従来の絶対校正法とを比較検討するため、同一の合成標準ガス中の各成分濃度を両者でそれぞれ検定した検量線を用いて定置した。

その結果をTable 1に示した。

- (1) 繰返し6回試験した結果、相対感度校正法と絶対校正法との差違は、約1.3%以内であり、良い一致を示した。
- (2) 相対感度校正法における校正に要する計測時間および標準ガス試料調製時間は、それぞれ7.5分間および1時間であった。

これは、絶対校正法における校正法計測時間30分間、標準ガス試料調製時間6時間と比べ、それぞれ1/4および1/6であり、大幅に時間短縮できることがわかった。

以上の結果から、H₂を基準成分とした相対感度校正法は絶対校正法と同等の精度を持ち、かつ校正所要時間を1/4、標準ガス試料調製時間を1/6と大幅に時間短縮できることがわかった。

5.3 耐久性試験

本試験は合成標準ガスを用いて、約4箇月間にわたって実施した。

この間におけるオンラインカバーガス計測装置の運転および故障状況をFig. 8に示した。

- (1) 45日間の連続計測運転(約7600回計測)を2回実施し、オンラインカバーガス計測装置のソフトウェア関係は、正常に実行することを確認した。
- (2) クロマトパックは計測毎のクロマトグラムの作図および波形処理したピークの保持時間、積分値等をデータ処理装置へ確実に伝送していることを確認した。クロマトグラムの作図例をFig. 9に示した。
- (3) 連続計測運転Run 1, 2の期間内(昭和55年6月13日~11月13日)における各成分の保持時間の変動幅は、1~3秒であった。また、ピークの分離状態も全く変化がないことから分離カラムの性能低下のないことがわかった。
- (4) Run 1開始時およびRun 2終了時における各成分の検量線勾配の変動は、±4%以内と少なく熱伝導度検出器の劣化が、ほとんどないことがわかった。
- (5) 本試験中、記録したクロマトグラム上ではO₂ピークの反転現象⁹⁾が一度も見られなかった。また、検量線作成時における標準ガスのピーク積分値もほとんど変動がなかった。したがって、キャリアーガス精製装置の精製能力は、全く低下していないことがわかった。
- (6) 連続計測運転中の記憶データはタイプライターおよびX-Yプロッターにて、計測日時、濃度、成分名の関係を作表・作図できることを確認した。また、45日間連続運転中におけるこれら作表・作図等に対する誤動作はなかった。

作表・作図例を Fig. 10 および 11 に示した。

- (7) 監視盤での計測値表示は、各成分濃度を ppm 単位でデジタル表示し、計測毎に更新することを確認した。

また、計測値が予め設定した濃度を越えた場合には、ブザーを吹鳴し、その成分名のランプが点灯することを確認した。

- (8) 本試験中に 3 件のトラブルが発生したが、いずれも原因を明確に判断しうるものであった。トラブルの発生状況と原因を次に示す。

- ① 自動サンプリングコックの駆動モータ部から異音を発するようになった。本トラブルによる計測値等への影響はなかった。(S. 55. 7. 26)

原因：サンプリングコックの回転角度を制御しているカップリングとマイクロスイッチとのタイミング位置がズレてサンプリングコックが正規の位置で停止しなかったためである。

対策：マイクロスイッチのアーム調整を行なった結果、サンプリングコックの動作は正常となり、異音の発生も起らなくなった。

- ② 連続計測中にデータ処理装置が停止した。(S. 55. 9. 6)

原因：トラブルが発生した時の室温が 38℃と高温であり、磁気ディスクの動作温度範囲(15～35℃)を越えていた。このため磁気ディスクが誤動作しデータ処理装置が自動停止したものである。

対策：室温調整後、プログラム等を再起動させた結果、正常に計測できるようになった。

- ③ 連続計測中に各成分の計測値が低下し 0.0 ppm を出力するようになった。(S. 55. 10. 1)

原因：このトラブルはサンプリングコックとこれを回転させる駆動モータとを接続する止め金具がゆるみ脱落し、サンプリングコックが作動しなくなったものである。このため試料ガスが導入されなくなり濃度が 0.0 ppm 表示となったものである。

対策：接続用止め金具を装着した結果、サンプリングの動作は正常に復帰し適正濃度の出力ができるようになった。

本試験で発生した上記 3 件のトラブルは、単純な故障であり定期的な保守点検と本装置設置場所の室温調整などを行なうことで回避できるものとする。

以上の結果から、本装置は GC の機能と制御、インターフェースの機能と制御、データの入力、処理出力に関する性能および耐久性等が十分満足すべきものでありオンラインカバーガスモニターとして 45 日間 1 サイクル運転の使用に耐えることが確認できた。

6. ま と め

オンラインカバースガス計測装置の種々の機能および耐久性を確認することを目的とし、合成標準ガスを用いて連続計測試験を実施した。

その結果をまとめると次の通りである。

- (1) 本計測装置のソフトウェア関係は正確に実行することを確認した。
- (2) サンプリングシステムⅡを使用し濃度の異なるガスを計測する場合は、真空ポンプで系内を排気しなければならないことがわかった。
- (8) 相対感度較正法は、従来用いてきた絶対感度較正法と同等の検量線勾配が得られ、かつ、較正に要する時間および標準ガス試料調製時間をそれぞれ1/4, 1/6に短縮できることがわかった。
- (4) データタイプライター、X-Yプロッターおよび監視盤のデータ表示、警報発信等の諸機能は、設計仕様上の性能を十分満足しうることを確認した。
- (5) 本試験中に3件のトラブルが発生したが、いずれも初期的な単純故障であり定期点検によって回避できるものであった。

以上、オンラインカバースガス計測装置の諸性能および耐久性を検討し、種々の性能が適確に動作することを確認すると共に高速実験炉「常陽」の定格運転45日1サイクルに対する装置の耐久性を確認でき、所期の目的を達成できた。

7. 今後の検討事項

今後、本オンラインカバーガス計測装置を当室より実験炉「常陽」へ移設し、「常陽」の運転計画に合わせて二次系カバーガスの連続計測を行なう。

本試験により実験室サイドにおける機能・耐久性等は確認できたため「常陽」現場サイドでの実用上の取扱いおよび装置全体の耐久性などを確認する。

8. 謝 辞

本試験計画の推進を図って戴いたFBR本部ナトリウムGr 山本主任研究員（現在、大洗工学センターナトリウム技術部ナトリウム機器構造試験室室長）、吉田副主任研究員に感謝の意を表す。

9. 参考文献

- 1) K. Ch. Stade : "Purity Control of Sodium and Cover Gas at KNK-1" 日独高速炉情報交換資料, 1975年4月
- 2) G. B. Barton : "Performance of a Process Gas Chromatograph Analyzing Sodium Cover Gas" ANS Trans. 17, 159. (1973)
- 3) J. T. Holmes et al. : "Sodium Technology at EBR-II" International Conference on Liquid Metal Technology in Energy Production (Argonne National Laboratory) 日米高速炉情報交換資料
- 4) C. R. F. Smith, et al. : "On-Line Sodium and Cover Gas Purity Monitors" International Conference on Liquid Metal Technology in Energy Production (ANL) 日米高速炉情報交換資料
- 5) 秋山孝夫, 高荷智, 厚母栄夫 : 社内資料「カバーガス中の不純物の分析方法」(第1報) SN 941 73-12 1973年4月
- 6) 秋山孝夫, 高荷智, 厚母栄夫 : 社内資料「カバーガス中の不純物の分析方法」(第2報) SN 941-73-60 1973年12月
- 7) 秋山孝夫, 飯島稔, 高荷智, 社内資料「カバーガスのオンライン計測」(第1報) SN 941 78-65 1978年3月
- 8) 秋山孝夫, 飯島稔, 高荷智 : 社内資料「カバーガスのオンライン計測」(第2報) SN 941 80-47 1980年4月

附録 —— 操作法 ——

1. コンピュータシステムの起動

各機器の電源投入後、ディスクドライブのRun ランプ点灯を確認し、以下の手順に従ってプログラムをスタートさせる。

- (1) CPUのスイッチレジスタを100033(8)にセットする。(セットスイッチの位置 1 000 000 000 011 011)
- (2) STOP/RESETスイッチをSTOP, RESETの順に上下する。
- (8) PROLOADスイッチを押上げるとプリンタへFILE NAMEと出力される。以後は計算機との対話となる。
- (4) スタート操作

<u>FILE NAME</u> NEWSYS ↵	
<u>NOVA RDOS REV 6.40 A</u>	
<u>DATE (M/D/Y)?</u> 2/19/81 ↵	(月, 日, 年の指定)
<u>TIME (H:M:S)?</u> 10:11:12 ↵	(時, 分, 秒の指定)
<u>R</u>	
<u>MAIN</u> ↵	(システムの起動)
<u>?GC1 RUN NO (xxx): nnn</u> ↵	(GC1 系統のランNa入力) *
<u>?GC2 RUN NO (xxx): nnn</u> ↵	(GC2 " ")
<u>*** RESTART *** 81.2.19 10:11:12</u>	
<u>*</u>	(コマンドの入力待ち)

* : 前回の Run Naをいかす場合は, 0 ↵とする。

注): 下線部は計算機出力で, それ以外はオペレータ入力である。また, ↵印は RETURNキー入力を示す。

2. システムの停止

- (1) ENDコマンドに引き続いて下記の入力を行なう。

<u>* END</u> ↵
<u>GC SYSTEM END</u>
<u>STOP</u>

STOP

R

RELEASE DP0 ✓

MASTER DEVIDE RELEASED

(2) CPUのSTOP/RESETスイッチをSTOP, RESETの順に上下する。

3. JOBコマンドの会話形式

本システムで使用するJOBコマンドの種類を次に示す。

- DATE : 日付の入力
- TIME : 時刻の入力
- CREATE : テーブルの作成
- DELETE : テーブルの削除
- CHANGE : テーブルの変更
- PRINTT : 分析テーブル内容をタイプライターへ出力する
- PUNCHT : " " を紙テープへ出力する
- READT : " " を紙テープから入力する
- CALIB : キャリブレーションルーチン
- MEASURE : 連続計測ルーチン
- PRINTD : 計測データをタイプライターへ出力する
- PUNCHD : " " を紙テープへ出力する
- READD : " " を紙テープから入力する
- PLOT : 分析データをX-Yプロッタへ作図する
- CANCEL : CALIB, MEASUREルーチンの強制終了
- FACTOR : 検量線勾配の計算
- NEWPG : 改ページ
- END : システムの停止

なお、システム実行中に生じた入・出力エラー等は原則としてJOBコマンド入力待ちへ戻す。

以下に各JOBコマンドの設定例を示す。

(1) 日付入力 (DATE)

* DATE ✓

? MM, DD, YY : 2, 19, 81 ✓

(コマンド入力)

(1981年2月19日を入力)

```

    DATE: 81. 2. 19
    *
  
```

(確認用の出力)
(次のコマンド待ち)

(2) 時間入力 (TIME)

```

    * TIME ✓
    ? HH, MM, SS : 10,11,12 ✓
    TIME : 10:11:12
    *
  
```

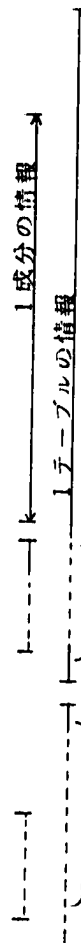
(コマンド入力)
(10時11分12秒を入力)
(確認用の出力)
(次のコマンド待ち)

(3) 分析テーブルの作成 (CREATE)

```

    * CREATE ✓
    ? TBL NO : 8 ✓
    ? GROUP : 1 ✓ 又は 2 ✓
    ? PK. NO : 1 ✓
    ? NAME : H2 ✓
    ? RT : 1.20 ✓
    ? BW : 0.3
    ? FACTOR : 0.0005 ✓
    ? STD : 4.0 ✓
    ? LIMIT : 100 ✓
    ? R. SENSE : 1.0 ✓
    ? PK. NO : 2 ✓
    |
    ? PK. NO : 0 ✓
    ? TBL NO : 9 ✓
    ? GROUP : 1 ✓ 又は 2 ✓
    ? PK. NO : 1 ✓
    |
    ? PK. NO : 0 ✓
    ? TBL NO : 0 ✓
    *
  
```

(コマンド入力)
(テーブルNo入力, 1~16)
(グルーピング指定
1: 最大値, 2: 総和)
(ピークNo入力, 1~6)
(ピーク名称入力, ~6文字)
(リテンションタイム入力, 分単位)
(時間幅の入力, 分単位)
(検量勾配の入力)
(標準ガス濃度入力, ppin)
(警報濃度入力, ppm)
(相対感度の入力)
(上記会話繰返し)
(テーブル8終了後0入力)
(続いてテーブル9を作成)
(同上)
(テーブル9終了)
(テーブル作成終了後0を入力)
(次のコマンド待ち)



(4) テーブルの消去 (DELETE)

```
* DELETE ✓
? TBL NO : 8 ✓
? PK. NO : 4 ✓
? PK. NO : 5 ✓
? PK. NO : 0 ✓
? TBL NO : 9 ✓
? PK. NO : -1 ✓
? TBL NO : 0 ✓
*
```

(コマンド入力)
 (テーブルNa入力)
 (テーブルNa 8 のピーク Na 4 を消去)
 (" " Na 5 ")
 (テーブル8の消去終了, ディスクファイル更新)
 (続いてテーブル9を指定)
 (テーブル9全体を消去, ディスクファイル更新)
 (テーブル消去の終了)
 (次のコマンド待ち)

(5) テーブルの変更 (CHANGE)

```
* CHANGE ✓
? TBL NO : 8 ✓
? CHANGE (PK, ITEM) : 2, 5 ✓
? STD (xxx..., xx) : 8. 0 ✓
? CHANGE (PK, ITEM) : 3, 2 ✓
? RT (xx, xx) : 1. 54 ✓
? CHANGE (PK, ITEM) : 0, 0 ✓
? TBL NO : 9 ✓
? TBL NO : 0 ✓
*
```

(コマンド入力)
 (テーブルNaを入力)
 (ピークNa 2のSTD値を8.0に変更する。)
 (xxx. xxは旧の値)
 (続いてピークNa 3のリテンションタイム)
 (を変更する)
 (テーブル8の変更終了, ディスクファイル更新)
 (テーブル9の変更)
 (テーブル変更終了)
 (次のコマンド待ち)

* : ITEMの内容は以下の通りで全て番号で指定する。

Na	1	2	3	4	5	6	7
内容	NAME	RT	BW	FACTOR	STD	LIMIT	R-SENSE

(6) 分析テーブルのタイプライターへの打出し (PRINTT)

```
* PRINTT ✓
? TBL NO : 8 ✓
|
|
|
```

(コマンド入力)
 (テーブルNa入力)
 打出し動作中

```

? TBL NO : 9 ✓
|
? TBL NO : 0 ✓
*
    
```

(続いてテーブル9も打出す)
 打出し動作中
 (打出し終了)
 (次のコマンド待ち)

(7) 分析テーブルの紙テープへの打出し(PUNCHT)

```

* PUNCHT ✓
? TBL NO : 8 ✓
|
? TBL NO : 9 ✓
|
? TBL NO : 0 ✓
*
    
```

(コマンド入力)
 →パンチャーのスイッチONにする
 (テーブルNo入力)
 打出し動作中
 (続いてテーブル9をパンチする)
 打出し動作中
 (打出し終了)
 →パンチャースイッチOFF
 (次のコマンド待ち)

(8) 分析テーブルの紙テープからの入力(READT)

```

* READT ✓
? READ START (YES=1, NO=2) : 1 ✓
LOAD SPTR, STRIKE ANY KEY. ✓
-----
TBL NO : 8
*
    
```

(コマンド入力)
 (入力YES, NOを指示する)
 (リーダースイッチON, 紙テープをセッ
 ト後リターンする
 →入力動作中
 (入力終了後, そのテーブルNoを打出す)
 (次のコマンド待ち)

(9) キャリブレーション (CALIB)

```

* CALIB ✓
? STD NAME : xxx..... ✓
? COMMENT : xxx..... ✓
? GC NO : 1 ✓
? CM1 CYCL : 5 ✓
? CM1 TBL NO : 8 ✓
? CM2 CYCL : 5 ✓
? CM2 TBL NO : 9 ✓
    
```

(コマンド入力)
 (最大26文字)
 (")
 (ガスクロの区別)
 (コラム1の分析回数)
 (コラム1の分析テーブル)
 (コラム2の分析回数)
 (コラム2の分析テーブル)

```

? CALIB REPT : 10 ✓
? R-SENSE (TBL, RK) : 8, 1 ✓
  READY
  *
    
```

(合計分析回数)
 (相対感度計算の基準ピークを指定する)
 (準備完了メッセージ)
 (次のコマンド待ち)

00 連続計測 (MEASURE)

```

* MEASURE ✓
? SPL NAME : SECONDARY ✓
? EXP. COND : 75MW ✓
? GC NO : 1 ✓
? CM1 CYCL : 9 ✓
? CM1 TBL NO : 8 ✓
? CM2 CYCL : 1 ✓
? CM2 TBL NO : 9 ✓
? OUT CYCL : 30 ✓
? ANL REPT : 10000 ✓
  READY
  *
    
```

(コマンド入力)
 (最大 26 文字)
 (")
 (ガスクロの区別)
 (カラム 1 の分析回数)
 (カラム 1 の分析テーブル)
 (カラム 2 の分析回数)
 (カラム 2 の分析テーブル)
 (データ打出し周期回数)
 (トータル分析回数)
 (準備完了メッセージ)
 (次のコマンド待ち)

01 分析データのタイプライターへの打出し (PRINTD)

```

* PRINTD ✓
? GC NO : 1 ✓
? RUN NO (L, U) : 1~40 ✓
  |
? RUN NO (L, U) : 0, 0 ✓
  *
    
```

(コマンド入力)
 (ガスクロの区別)
 (打出すデータ No を指定)
 } 打出し動作中
 (打出し終了)
 (次のコマンド待ち)

02 分析データの紙テープへの打出し (PUNCHD)

```

* PUNCHD ✓
? GC NO : 1 ✓
? RUN NO (L, U) : 1, 40 ✓
  |
    
```

(コマンド入力)
 (ガスクロの区別)
 ----->パンチャースイッチ ON
 (打出すデータ No を指定)
 } 打出し動作中

```

? RUN NO (L, U) : 0, 0 ✓
*
    
```

(打出し終了)
 ----->パンチャースイッチOFF
 (次のコマンド待ち)

03 分析データの紙テープからの入力 (READD)

```

* READD ✓

? READ START (YES=1, NO=2) : 1 ✓

LOAD $PTR, STRIKE ANY KEY. ✓
*
    
```

(コマンド入力)
 (入力YES, NOの指示)
 (リーダースイッチON, 紙テープセット)
 後リターンする
 ----->入力動作中
 (次のコマンド待ち)

04 分析データのプロット (PLOT)

プロッターのスイッチをONとし、プロット用紙をセットした後、会話を実施する。

```

* PLOT ✓

? GC NO : 1 ✓

? RUN NO (L, U) : 1, 40 ✓

? PK. NO (MAX6) : 1, 2, 3, 4, 5, 6 ✓
*
    
```

(コマンド入力)
 (ガスクロの区別)
 (プロットするデータNoを指定)
 (プロットするピークNoを指定)
 ----->プロット動作中
 (次のコマンド待ち)

05 強制終了 (CANCEL)

キャリブレーションまたは連続計測中のものを強制的に終了させる。

```

* CANCEL ✓

? GC NO : 1 ✓

? CANCEL (YES=1, NO=2) : 1 ✓

GC1 WAS CANCELED
*
    
```

(コマンド入力)
 (ガスクロの区別)
 (処理実行の確認)
 (完了メッセージ)
 (次のコマンド待ち)

06 検量線勾配の計算 (FACTOR)

```

* FACTOR ✓

? TBL NO : 8 ✓

? REF. PK. NO : 1 ✓

? REF. FACTOR : 0.6543 ✓
    
```

(コマンド入力)
 (テーブルNoの指定)
 (基準ピークNoの指定)
 (基準ピークの勾配入力)

```
? TBL NO : 0 /
```

```
*
```

(計算完了)

(次のコマンド待ち)

07) タイプライターの改ページ (NEWPG)

タイプライターに改ページ借号を送る。その後、オペレータがミシン目を合わせればよい。

```
* NEWPG /
```

```
*
```

(コマンド入力)

(次のコマンド待ち)

08) プログラムの停止 (END)

```
* END /
```

```
GC SYSTEM END
```

```
STOP
```

```
R
```

(コマンド入力)

(停止メッセージ)

(")

4. クロマトパックの機能 (ピークの波形処理)

(1) ピークの検出

ベースラインに対するピークの立上り角度により、ピークを判定する。

(2) 不完全分離ピークの処理

不完全分離ピークはテーリング上ピークを除き全て垂直分割して処理する。

(8) テーリング上ピークの処理

テーリング上ピークはテーリングピークの裾をベースラインとして処理する。

(4) ベースラインの変動がある場合でも、予め設定されるベースラインドリフト (DRIFT) のパラメータにより自動的に補正する。

(5) 不用ピークおよびノイズの除去

不用ピークはその保持時間に相当する区間を LOCK 設定することにより除去する。また、ノイズはピーク幅が狭いので最小ピーク幅 (WIDTH) を設定するか、最小積分值 (MIN AREA) を設定することで除去する。

(6) 分析終了時間の設定

分析開始から終了までの時間を STOP TIME 設定により任意に設定できる。

(7) パラメータの自動変更 (T-DBL)

恒温分析ではカラムからの溶出順にピーク幅が広くなると共にピークの立上り速度 ($\mu\text{V}/\text{min}$) も遅くなる。この対策としてピーク判定基準であるピークの立上り角度 (SLOPE) およびノイズ除去基準である最小ピーク幅 (WIDTH) をそれぞれ 1/2, 1/4 …… および 2, 4 …… 倍とプログラムで自動的に変更することができる。

(8) 定性パラメータ

検出したピークの同定は、その保持時間を予め設定した保持時間と比較して同定する絶対保持時間法で行なう。

分析条件が変動する場合は、保持時間のズレを補正できる相対保持時間法を用いることもできる。

5. タイムプログラムの作成

本プログラムの作成は、分析タイムチャートをもとにして作る。すなわち、分析開始からの時間設定で各バルブやオートゼロ調整、極性・カラム切換え等を自動的に行なえるようなプログラムである。

本プログラムの一つ一つの実行は、クロマトパックからの信号をプログラマーのリレーを介して行なわれる機構となっているためプログラムの作成には、時間、リレーNo、およびリレーのON, OFFが使用される。

以下に操作手順を示す。

例) File 1 にカラム 1 側の繰返し分析プログラムをFile 2 にカラム 2 の分析条件となるプログラムを作成する。

(1) File Noを に設定する。タイムプログラムキーを押すと以後はプロッタとの対話となる。

TIME-P 1			
MAX	12 ✓		
#	TIME	NAME	DATA
<u>1</u>	0 ✓	RELAY	4 ✓
<u>2</u>	0.5 ✓	RELAY	1 ✓
<u>3</u>	0.52 ✓	RELAY	-1 ✓
<u>4</u>	5.5 ✓	RELAY	-4 ✓
<u>5</u>	7.5 ✓	RELAY	6 ✓
<u>6</u>	8.0 ✓	RELAY	-6 ✓
<u>7</u>	8.5 ✓	RELAY	1 ✓
<u>8</u>	9.0 ✓	RELAY	-1 ✓
<u>9</u>	10 ✓	R	0 ✓
<u>10</u>	END ✓		

(項目数+αを入力)

(分析開始と同時にサンプリングロックを)
開とする

(0.5分後 オートゼロ ON)

(オートゼロ OFF)

(サンプリングロック閉)

(サンプル用バルブ開)

(" " 閉)

(オートゼロ, 大気平衡 ON)

(" , " OFF)

(分析終了, リターン指示)

(プログラム作成終了)

注) : 下線部分はプロッタ出力, それ以外はオペレータ入力を示す。✓印はENTERキーを押すことを表わす。

(2) File 2 設定操作

File No を 2 に設定する。タイムプログラムキーを押すと以後プロッタとの対話となる。

TIME-P 2				
MAX	15			(項目数+αを設定)
#	TIME	NAME	DATA	
<u>1</u>	0	RELAY	4	(サンプリングコック閉)
<u>2</u>	0.5	RELAY	1	(オートゼロ ON)
<u>3</u>	0.52	RELAY	-1	(オートゼロ OFF)
<u>4</u>	5.5	RELAY	-4	(サンプリングコック閉)
<u>5</u>	7.5	RELAY	6	(サンプル用バルブ開)
<u>6</u>	7.6	RELAY	8	(カラム・極性切換 ON)
<u>7</u>	8.0	RELAY	-6	(サンプル用バルブ閉)
<u>8</u>	8.5	RELAY	1	(オートゼロ, 大気平衡 ON)
<u>9</u>	9.0	RELAY	-1	(" , " OFF)
<u>10</u>	10	R	0	(分析終了, リターン指示)
<u>11</u>	END			(プログラム作成終了)

6. オートプログラムの作成

本プログラムはタイムプログラムと同様にプロッタの印字との対話で作成する。

分析条件の異なるタイムプログラム (File) を組み合わせて、自動的に条件を変えながら連続計測を行なうためのプログラムである。

以下に操作手順を示す。

(1) 連続計測の場合

① File No と分析回数を確認する。

例) カラム 1 側: 9 回, カラム 2 側: 1 回の分析を繰返し行なうよう設定する。

- File 1 : カラム 1 側の繰返し分析 — 8 回
- File 2 : カラム 1 分析後カラム 2 の条件となる — 1 回
- File 4 : カラム 2 分析後カラム 1 の条件となる — 1 回

② READY ランプ点灯を確認する。

③ AUTO PROGRAM キーを押し以後はプロッタとの対話となる。

AUTO-P 0		
MAX	10 ✓	
#	NAME	DATA
<u>1</u>	A FILE	1 ✓
<u>2</u>	START	8 ✓
<u>3</u>	A FILE	2 ✓
<u>4</u>	START	1 ✓
<u>5</u>	A FILE	4 ✓
<u>6</u>	START	1 ✓
<u>7</u>	R	0 ✓
<u>8</u>	END ✓	

(項目数 + α を設定)

(File No 設定)

(上記File の分析回数)

上記同様

(リターン指示)

(プログラム作成終了)

(2) 検量線作成の場合

例) カラム 1, 2 を 5 回ずつ分析するよう設定する。

- File 1 : カラム 1 側の繰返し分析 — 4 回
- File 2 : カラム 1 分析後カラム 2 の条件となる — 1 回
- File 3 : カラム 2 側の繰返し分析 — 4 回
- File 4 : カラム 2 分析後カラム 1 の条件となる — 1 回

- ① File No と分析回数の確認をする。
- ② READY ランプ点灯を確認する。
- ③ AUTO PROGRAM キーを押し以後はプロッタとの対話となる。

AUTO-P 0		
MAX	12 ✓	
#	NAME	DATA
<u>1</u>	A FILE	1 ✓
<u>2</u>	START	4 ✓
<u>3</u>	A FILE	2 ✓
<u>4</u>	START	1 ✓
<u>5</u>	A FILE	3 ✓
<u>6</u>	START	4 ✓
<u>7</u>	A FILE	4 ✓
<u>8</u>	START	1 ✓
<u>9</u>	END ✓	

(項目数 + α を設定)

(File No 設定)

(上記File の分析回数)

上記同様

(作成終了)

7. 日常操作（連続計測）

(1) スタート手順

- ① CPUをMEASURE状態とする。
- ② クロマトパックにてカラム1, 2の分析サイクルをオートプログラムへ設定する。
- ③ 監視盤の分析ON-L/OFF-LスイッチをON-L側にする。
- ④ クロマトパックのオートスタート (SHIFT DOWN → START AUTO S) キーを押す。
- ⑤ サンプルガスが供給可能かどうか確認する。
- ⑥ クロマトパックのスタート (START AUTO S) キーを押す。
- ⑦ 以後、自動的に分析が開始され、繰返される。

(2) ストップ手順

- ① CPUのMEASURE状態をCANCELコマンドにて強制終了する。
- ② 監視盤の分析ON-L/OFF-LスイッチをOFF-Lとする。
- ③ クロマトパックのオートストップ (SHIFT DOWN → STOP AUTO S) キーを押す。
- ④ クロマトパックのストップ (STOP AUTO S) キーを押す。

以上で連続計測は停止する。

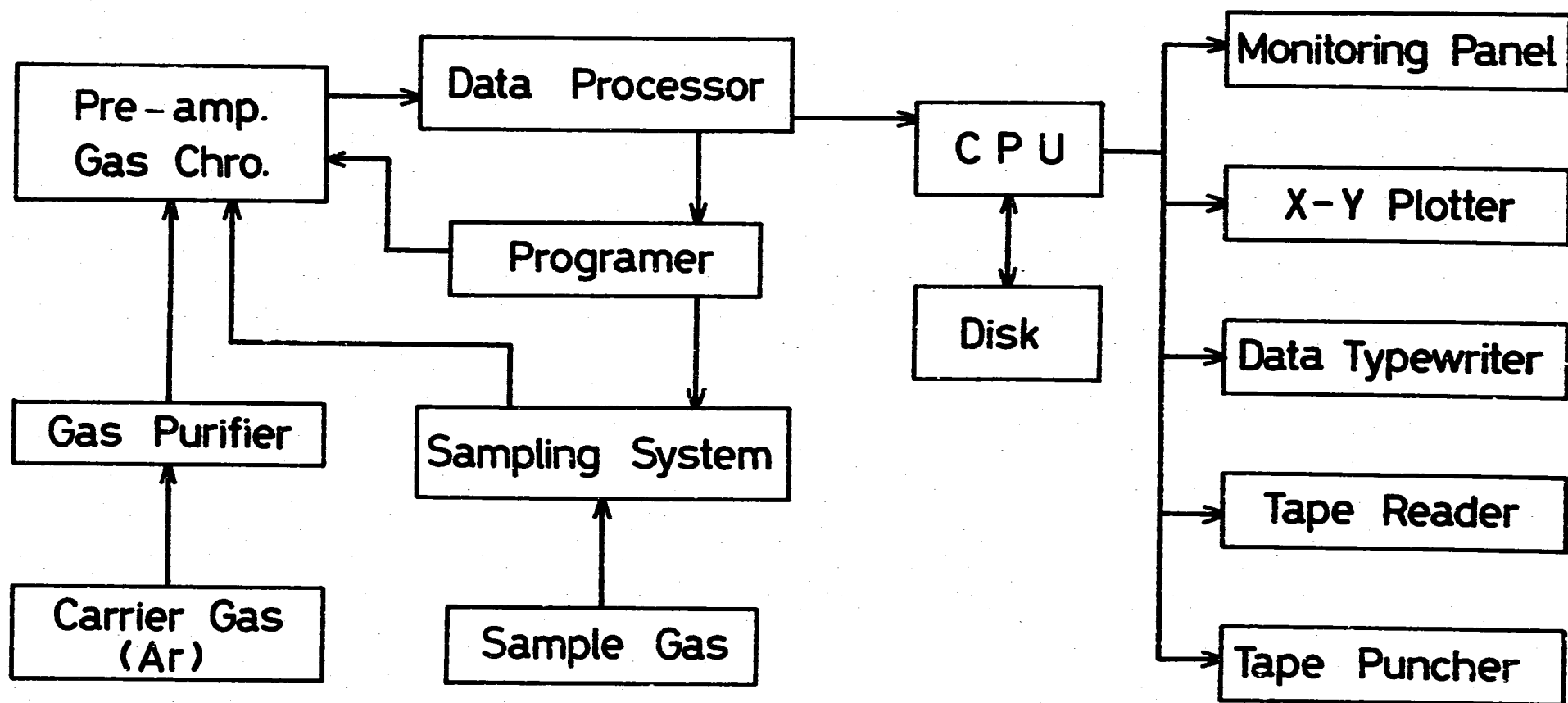
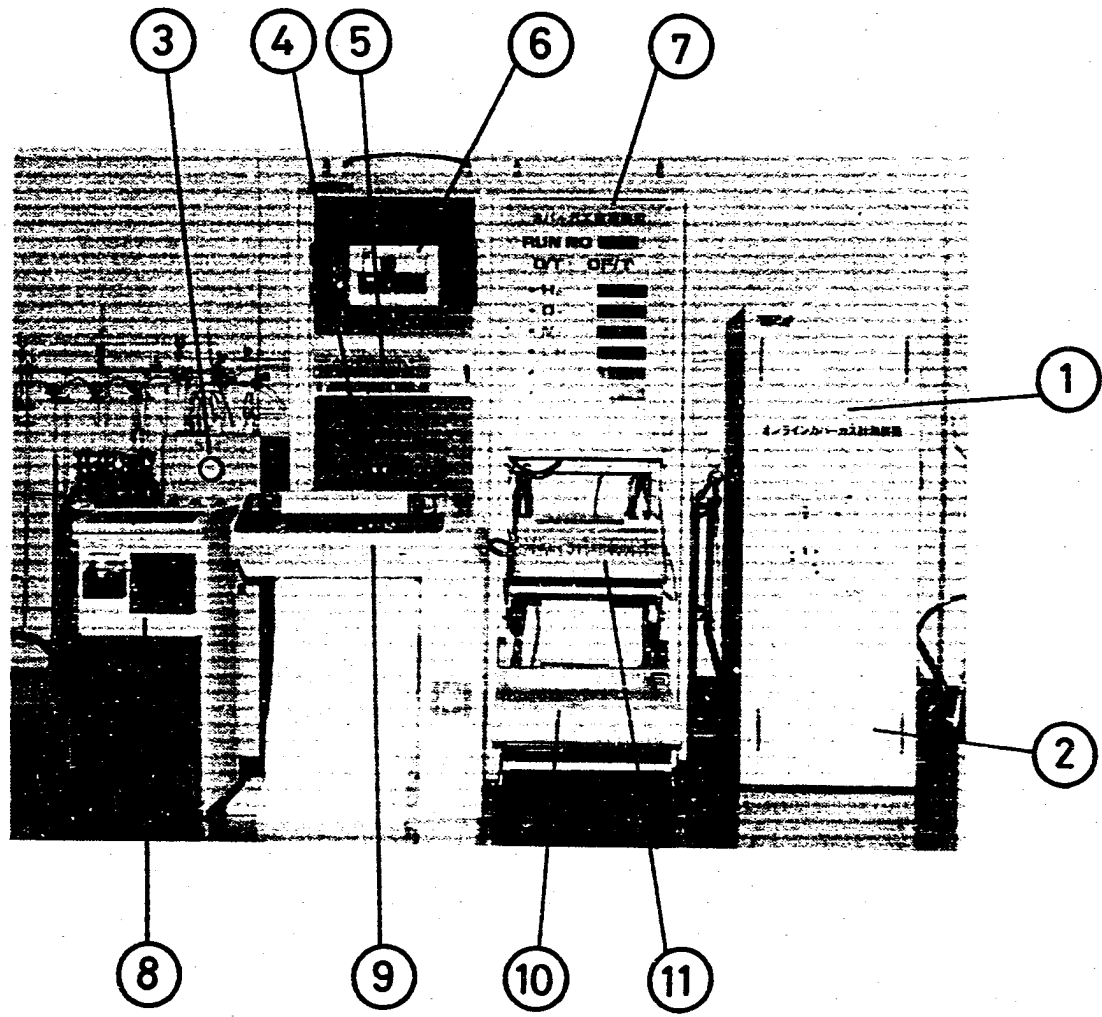
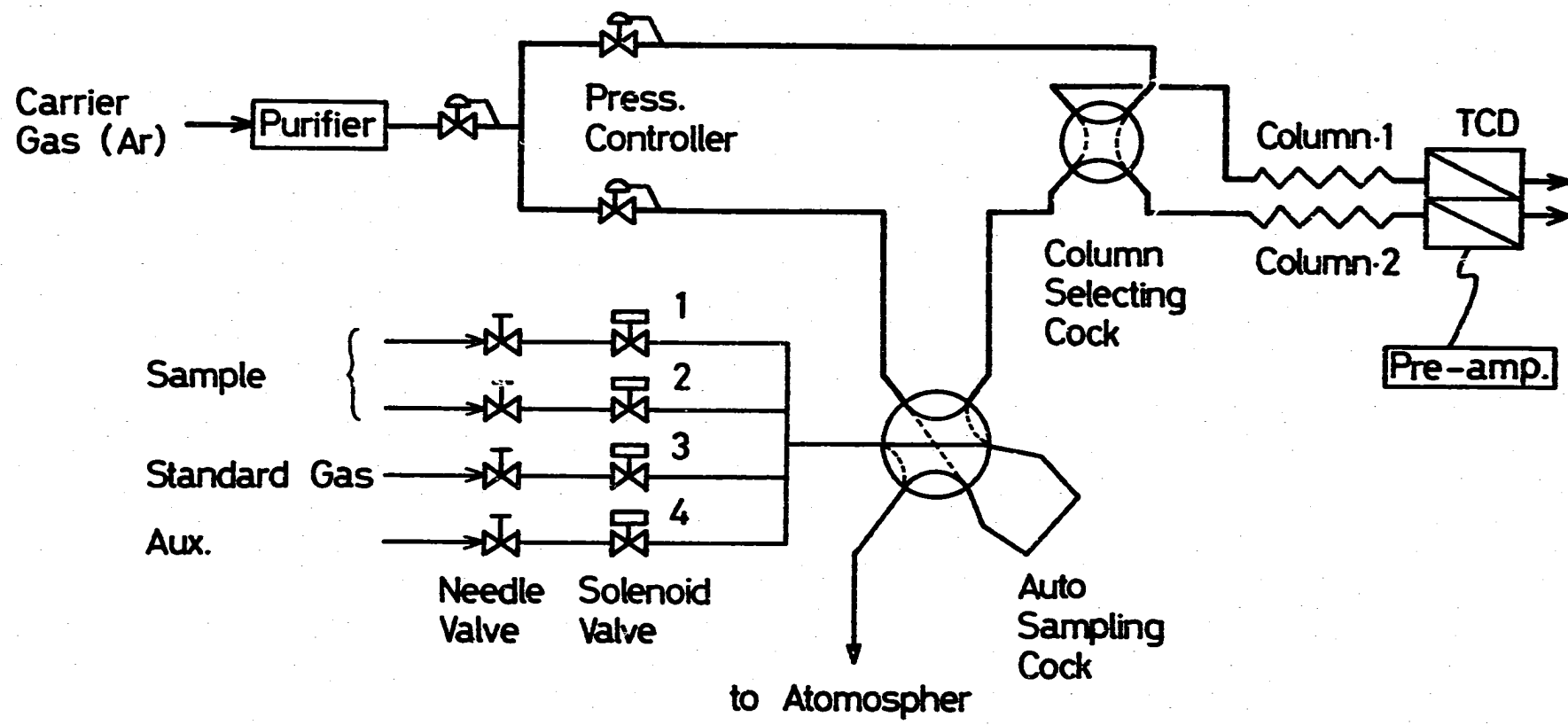


Fig. 1 Blockdiagram of On-line Cover Gas Monitor



No.	Name
1	Gas Chromatograph
2	Sampling System
3	Gas Purifier
4	Disk
5	CPU
6	Tape Reader
7	Monitoring Panel
8	Tape Puncher
9	Data Typewriter
10	X-Y Plotter
11	Chromatopak

Fig. 2 On-line Cover Gas Monitor



-33-

Fig. 3 Schematic Diagram of Cover Gas Sampling System I

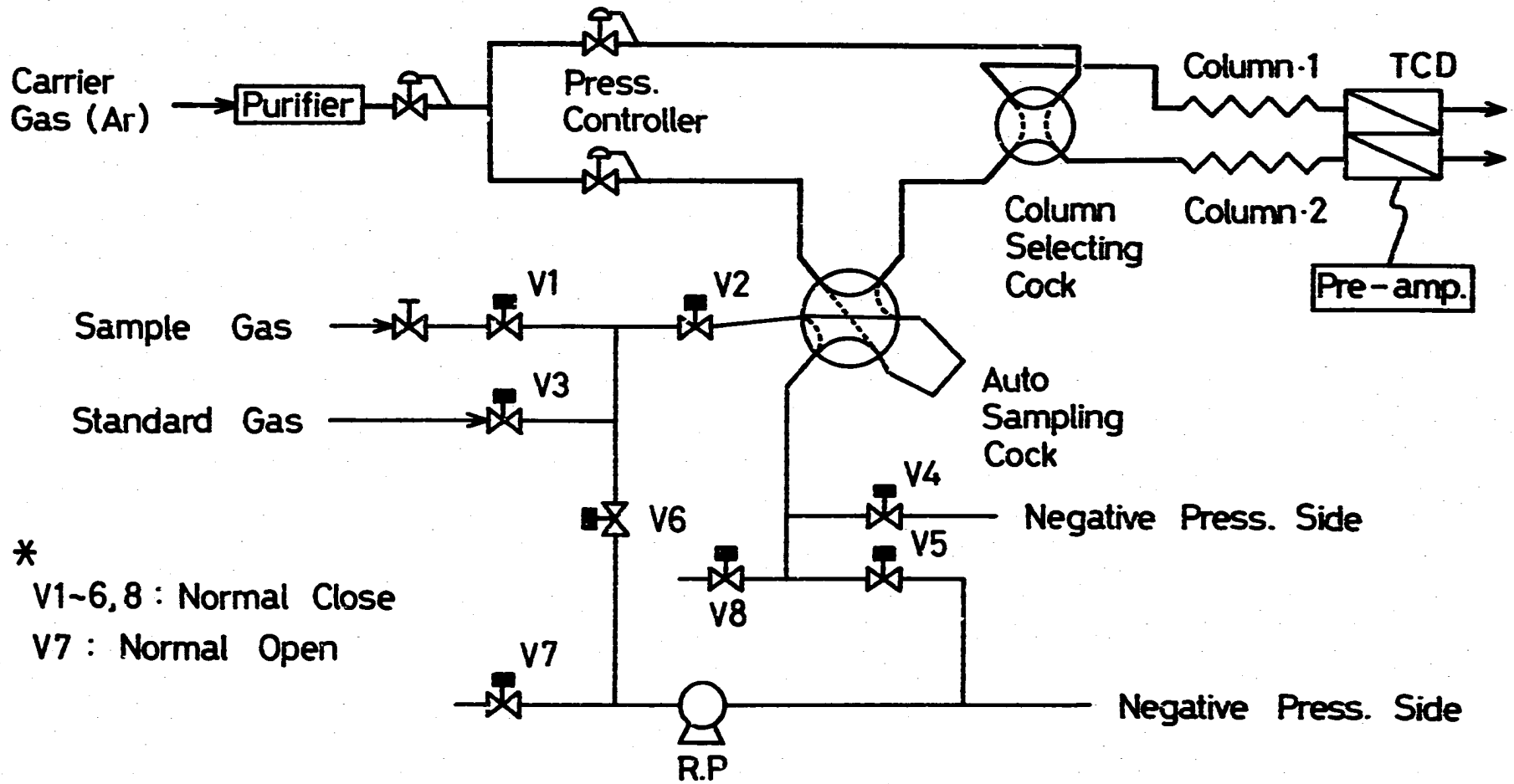


Fig. 4 Schematic Diagram of Cover Gas Sampling System II

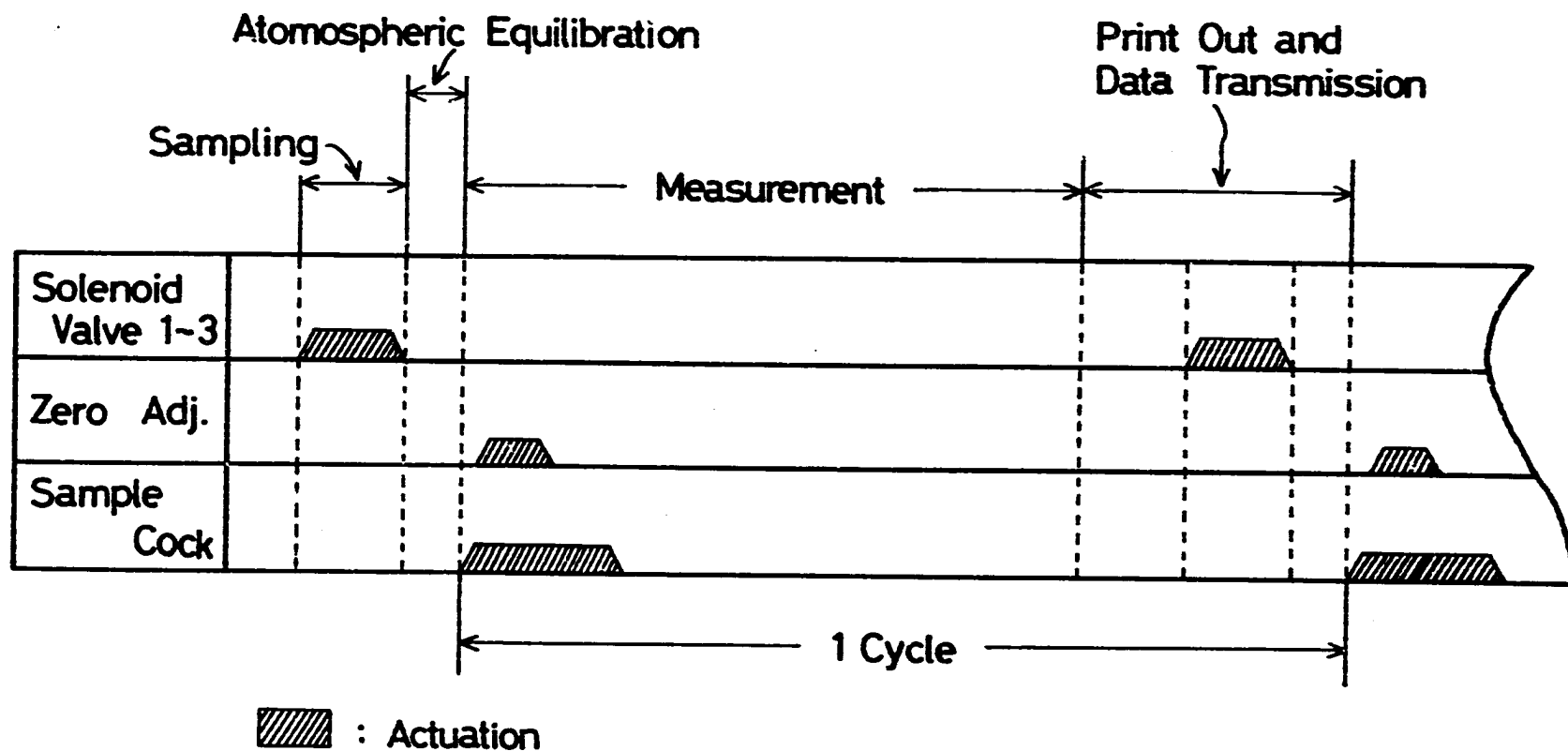
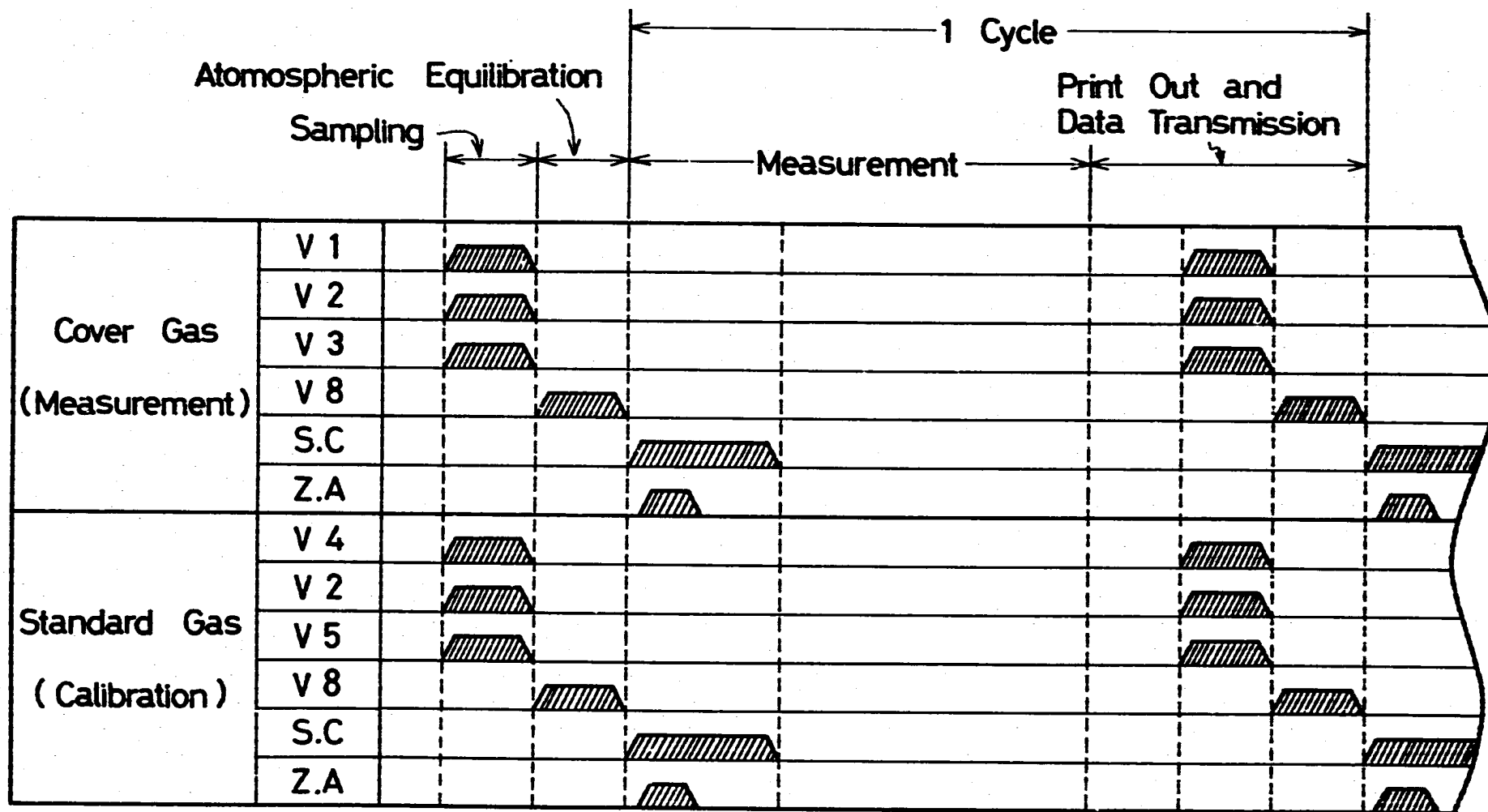


Fig. 5 Time Chart of Measurement Program for Secondary Cover Gas (Sampling System I)



S.C : Sampling Cock Z.A : Zero Adjustment ▨ : Actuation

Fig. 6 Time Chart of Measurement Program for Primary Cover Gas and Standard Gas (Sampling System II)

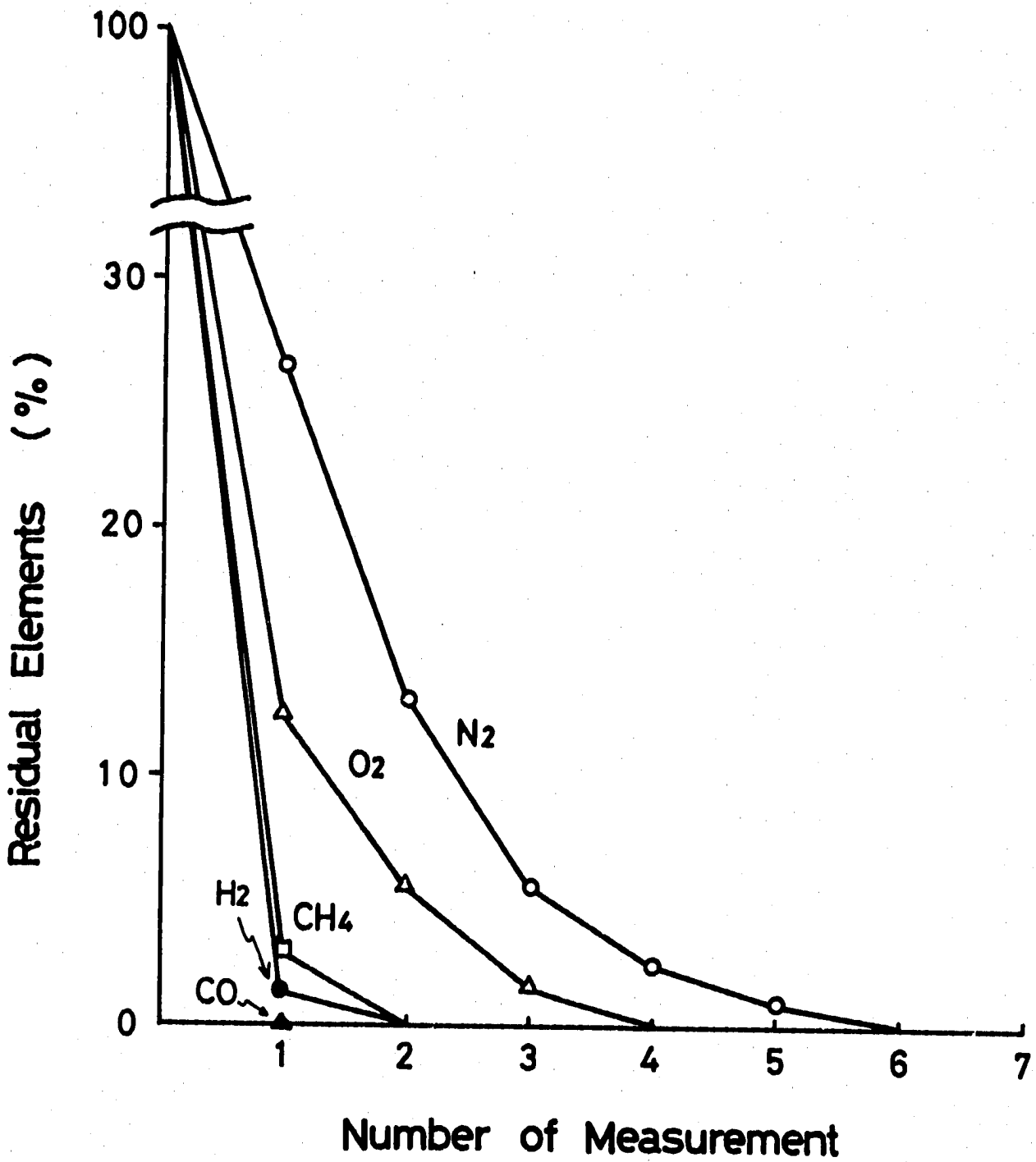
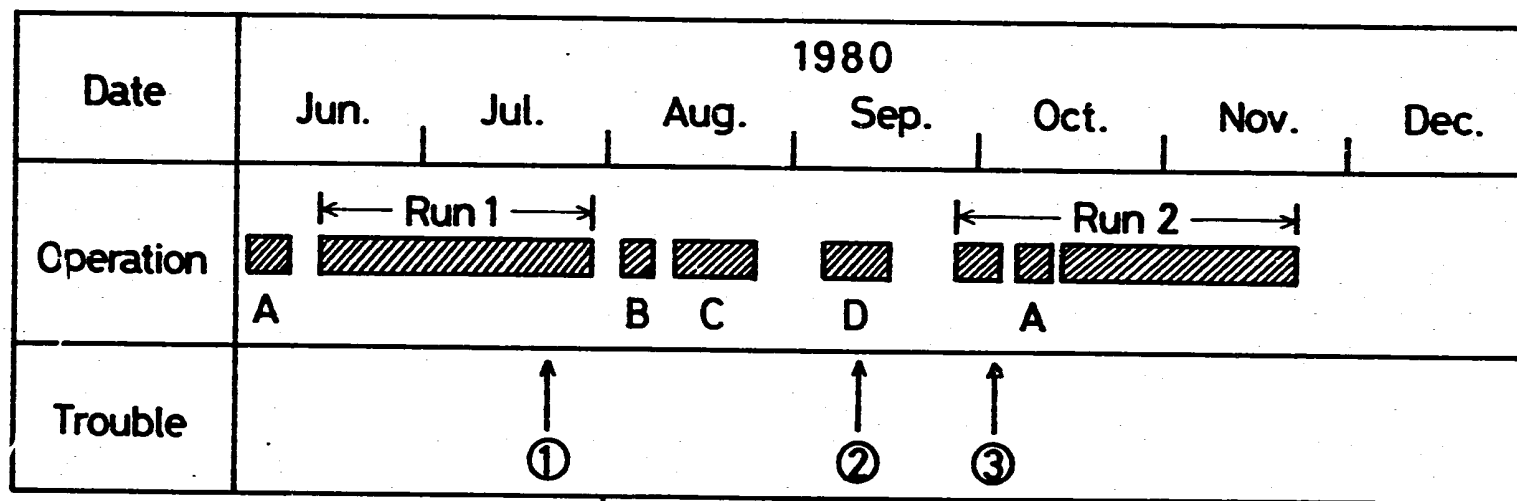


Fig. 7 Residual Percentage of High Concentration Gas



Operating Conditions

- A : Test Run
- B : Maintenance
- C : Examination of Calibration Method
- D : Performance Test of Sampling System

Trouble Points and Causes

- ① Sampling Cock (Slipping Off of Micro Switch Arm)
- ② CPU (Misaction of Disk due to Room Temp. Ascension)
- ③ Sampling Cock (Omission of Motor Drive Couplings)

Fig. 8 Operating Condition and Troubles of On-line Cover Gas Monitor

START 01.29.18.29.
~~RELAY~~ ~~RELAY~~ RELAY
 1.44
 2.14
 2.9
 RELAY 4.1
 5.84
 STOP

C-R1A
 SMPL # 00
 FILE # 5
 REPT # 12113
 METHOD 41

#	NAME	TIME	CONC	NK	AREA
0		1.44	13.5149		6049
0		2.14	17.2115		7704
0		2.9	16.0568		7187
0		4.1	26.3468		11793
0		5.84	26.8697		12027
	TOTAL		99.9999		44762

Fig. 9 Output Data of Chromatopac (C-R1A)

*

SAMPLE NAME : STD GAS
 EXP. CONDITION : SAMPLING SYSTEM 2
 GC NO : 1
 TBL 1 NO : 8
 TBL 2 NO : 9
 OUTPUT CYCLE : 30
 COLUMN1 CYCLE : 9
 COLUMN2 CYCLE : 1
 ANALY REPEAT : 19000

NO	TIME	H2	O2	N2	CH4	CO	CO2
748	11.16.8:57	3.0	38.9	53.0	28.0	83.6	-
749	11.16.9:7	3.0	39.3	53.3	28.5	85.0	-
750	11.16.9:17	3.1	39.3	53.5	27.7	84.3	-
751	11.16.9:27	3.0	40.0	54.9	28.5	81.6	-
752	11.16.9:37	3.1	39.4	53.0	28.2	82.0	-
753	11.16.9:47	3.0	39.3	54.1	28.0	83.6	-
754	11.16.9:57	3.0	39.5	52.0	28.7	82.6	-
755	11.16.10:7	3.0	39.3	52.7	28.1	87.5	-
756	11.16.10:15	-	-	-	-	-	84.0
757	11.16.10:26	3.1	39.1	52.7	28.1	83.3	-
758	11.16.10:36	3.0	39.3	53.5	27.8	84.0	-
759	11.16.10:46	3.0	39.5	54.1	28.3	83.7	-
760	11.16.10:56	3.0	39.0	52.7	28.0	84.3	-
761	11.16.11:6	3.0	39.5	52.7	27.7	85.1	-
762	11.16.11:16	3.0	39.6	53.7	27.9	84.6	-
763	11.16.11:26	3.0	39.6	53.4	29.0	83.4	-
764	11.16.11:36	3.0	39.9	54.5	28.6	83.7	-
765	11.16.11:46	3.0	39.0	53.5	28.4	84.9	-
766	11.16.11:54	-	-	-	-	-	86.5
767	11.16.12:5	3.0	39.0	52.6	27.9	83.9	-
768	11.16.12:15	3.0	39.3	54.1	28.3	84.3	-
769	11.16.12:25	3.0	39.7	54.2	28.1	83.0	-
770	11.16.12:35	3.0	39.0	53.0	28.1	81.6	-
771	11.16.12:45	3.0	39.3	53.4	28.0	85.4	-
772	11.16.12:55	3.1	39.6	53.4	28.7	84.1	-
773	11.16.13:5	3.0	39.5	54.2	28.2	83.4	-
774	11.16.13:15	3.0	39.3	53.0	28.2	85.3	-
775	11.16.13:25	3.0	39.2	54.6	28.0	84.3	-

NO	TIME	H2	O2	N2	CH4	CO	CO2
776	11.16.13:33	-	-	-	-	-	82.3
777	11.16.13:44	3.0	39.2	51.8	27.9	85.7	-

RUN NO : 748-777

	H2	O2	N2	CH4	CO	CO2
AU	3.0	39.4	53.5	28.2	84.0	84.3
SD	0.0	0.3	0.8	0.3	1.2	1.7
CU	0.56	0.68	1.50	1.24	1.45	2.05
MAX VALUE	3.1	40.0	55.3	29.0	87.5	86.5
MAX RUN NO	772	751	749	763	755	766
MIN VALUE	3.0	38.9	51.8	27.7	81.6	82.3
MIN RUN NO	763	748	777	761	770	776

Fig. 10 Output Data of Typewriter

SAMPLE NAME : STD GAS
EXP. CONDITION : SAMPLING SYSTEM 2
RUN NO : 350-776.

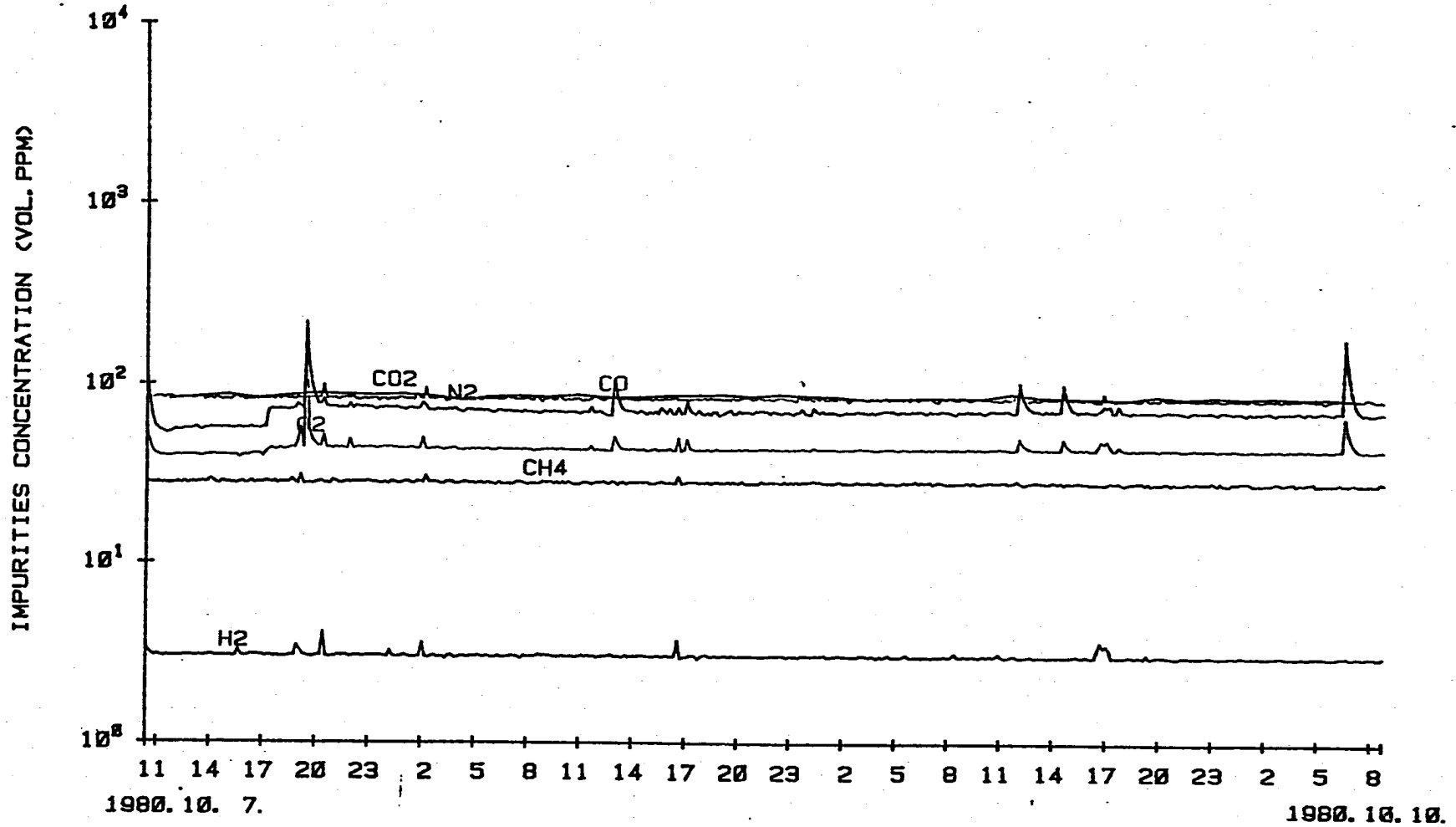


Fig. 11 Output Data of X-Y Plotter

Table 1 Comparison of Measuring Data Obtained by Different Calibration Methods

Element No.	H2		O2		N2		CH4		CO	
	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B
1	4.0	4.0	46.5	46.1	39.6	39.7	28.7	29.5	107.7	107.0
2	4.0	4.0	46.0	46.6	39.9	39.7	29.1	28.8	107.8	110.4
3	3.9	4.0	46.1	46.2	39.5	40.1	29.1	28.7	106.3	109.5
4	3.9	4.0	45.7	45.8	39.0	39.6	28.3	28.7	105.6	107.7
5	3.9	3.9	46.0	46.6	39.3	39.7	28.7	28.6	108.6	107.5
6	3.9	4.0	45.9	46.8	39.5	39.9	29.3	28.9	107.3	107.8
Average	3.93	3.98	46.03	46.35	39.47	39.78	28.87	28.87	107.2	108.3
Difference (%)	+ 1.27		+ 0.76		+ 0.79		± 0.00		+ 1.03	

A : Absolute Sensitivity Calibration Method

B : Relative Sensitivity Calibration Method

Number of Measurement : 10 [exp. No.1, $A(H_2) = (\sum_1^n A_1 + A_2 + \dots + A_{10}) / n$ n=10]

(ppm)