

区分変更	
変更対象番号	＝
決行年月日	平成13年7月31日

# 炭素分析装置操作法

## Leco IR-12型



1981年11月

技術資料コード	
開示区分	レポートNo.
	N952 81-09
この資料は 図書室保存資料です 閲覧には技術資料閲覧票が必要です	
動力炉・核燃料開発事業団大洗工学センター技術管理室	

動力炉・核燃料開発事業団

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大字村松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)

# 炭素分析装置操作法

## Leco IR-12型



寺 沼 保<sup>※</sup> 高 荷 智<sup>※</sup>

### 要 旨

目 的 炭素分析装置の取扱い資料

要 旨 Leco 社製, IR-12型, 炭素分析装置を使用するのにあたり必要な作動原理, 機器の機能および操作法について述べる。

また, これまでに調べたデータについて述べ使用者の参考とするようにした。

## 目 次

1. ま え が き .....	1
2. 定量法沿革概説 .....	2
3. 装置の概要 .....	3
4. 装置各部および機能 .....	6
4.1 高周波誘導加熱装置の各部および機能 .....	6
4.2 測定装置の各部および機能 .....	6
4.3 ガス系統 .....	9
5. 操 作 法 .....	11
5.1 準 備 .....	11
5.2 測 定 .....	16
5.3 停 止 .....	18
6. メンテナンス .....	19
6.1 アスカライト・アンハイドロン, アンハイドロン, ガラスウール およびセルロースフィルターの交換 .....	19
6.2 白金触媒の洗浄 .....	19
6.3 ダストフィルターの交換 .....	20
6.4 炉の清掃および保守 .....	20
6.5 トラブルシューティング .....	22
7. 試料の調整 .....	25
7.1 試料の採取 .....	25
7.2 分析試料の調整 .....	25
8. 標準試料 .....	26
9. 参考データ .....	27
9.1 測定較正機構特性 .....	27
9.2 空試験値補正機構特性 .....	28
9.3 試料重量補正機構特性 .....	28
9.4 再現性試験 .....	29
10. あとがき .....	30
11. 参考文献 .....	31

## 図 表 目 次

図 - 1	装置前面配置	32
図 - 2	高周波誘導加熱装置	33
図 - 3	高周波誘導加熱炉	34
図 - 4	測定装置	35
図 - 5	赤外吸収検出器	36
図 - 6	酸素ガス流路	37
図 - 7	セル雰囲気ガス流路	38
図 - 8	ファンクション調整パネル	39
図 - 9	エレクトロニクスドロワー	40
図 - 10	測定装置左側面	41
図 - 11	測定装置右側面	42
図 - 12	測定装置裏面	43
図 - 13	ガスフローダイヤグラム (低濃度測定時)	44
図 - 14	ガスフローダイヤグラム (高濃度測定時)	45
図 - 15	赤外セルオープン内部	46
図 - 16	メタルスクリーン取付図	47
図 - 17	ダストトラップ組立図	47
図 - 18	セル調整曲線	48
図 - 19	較正機構特性 (LOW RANGE)	49
図 - 20	較正機構特性 (HIGH RANGE)	50
図 - 21	空試験値補正機構特性	51
表 - 1	標準試料	52
表 - 2	Leco 較正試料	53
表 - 3	空試験値測定結果	54
表 - 4	重量補正機構チェック (LOW RANGE)	55
表 - 5	重量補正機構チェック (HIGH RANGE)	56
表 - 6	再現性試験結果	57

## 1. ま え が き

本分析装置は高周波加熱燃焼部を備え、赤外分析法の原理に基づいた分析装置である。装置の試料挿入部に重量既知の金属試料を投入して、分析スイッチを押せば装置が作動し、試料を加熱し、炭素の酸化、抽出、測定を自動的に行なって、炭素の分析結果をパーセントまたは、ppmで表示するものである。

その機能を十分に発揮させて正確な定量を行なうためには、装置の作動原理および装置各部の機能を十分に理解した上で適正な操作を行なって装置を使用しなければならない。

このマニュアルは、米国Leco社製、IR-12型炭素分析装置の取扱説明書<sup>1)</sup>および高周波誘導炉763-100, 200の取扱説明書<sup>2)</sup>を参考にして、その作動原理、機能を平易に解説するとともに装置の操作手順を述べたものであり、本装置を利用して試料中の炭素を定量しようとする場合の手引きとし、誤操作による性能および機能の劣化を未然に防止して、より正確な分析を行なうことを目的として作成したものである。

また、これまでに本装置を用いて検討したデータを挙げ装置の性能を把握できるように配慮した。

## 2. 定量法沿革概説

金属試料中の炭素分析法には、燃焼法、湿式法、比色法、カーボメータ法、放射化分析法、熱起電力法および分光分析法などがある。これらのうちで、試料を酸素気流中で燃焼させ、含有炭素を炭酸ガスとして分離した後、適当な方法を用いてこの炭酸ガスの量を求め、炭素量を知る燃焼法が最も広く利用されている。

試料の燃焼には、従来から非金属発熱体を使って加熱する管状炉が用いられてきたが、最近では高周波誘導加熱装置がこの目的に用いられている。高周波による加熱は容易に高温に達するので、炉体をあらかじめ加熱しておく必要がなく、いつでもただちに使用できるなどの現場分析に適した特長が多く、また、専用の加熱装置が市販されているので現在ではその使用が一般的となっている。

燃焼法は、試料の燃焼によって試料中の含有炭素が完全に炭酸ガスとしてとり出されるのが基本的な条件であるので、この点に十分注意を払わなければならない。このため高周波誘導装置を用いる場合には、金属銅、金属スズ、純鉄、酸化クロム、酸化ニッケルなどの助燃剤を試料の種類に応じて選んで使用することが必要となる。

試料より分離された炭酸ガスの測定方法は、いろいろとあり、重量法や容量法は比較的炭素量の多い試料に用いられ、微量炭素の定量には中和滴定法、吸光光度法、凝縮気化法、電導度法、電量滴定法、赤外吸光光度法が適しており、これらの測定装置がそれぞれ燃焼装置と組合されて用いられている。

これらの従来から用いられてきた燃焼法による炭素の測定方法は、燃焼装置と測定装置の組合せ方、および、それら装置の改良がなされて現在に至っている。

しかしながら、このような改良、変遷を経た装置でも試料それ自身の性質によっては、簡単に利用できない場合がある。すなわち、タンタルのような耐熱金属試料の場合は、酸素に接触している表面は、高温度になると極めて酸化され易く、粉末状の場合には爆発的に燃焼する。しかし、塊状の場合には、生じた酸化物が非常に致密な皮膜となって内部に酸素が供給されにくく、完全に燃焼することが困難である。このような場合には、炭素は炭酸ガスとして放出されにくくなり分析値を低くさせてしまうことがある。このような試料を分析するときは、あらかじめ調査検討しておくことが必要であるので注意を要する。

### 3. 装置の概要

装置は高周波誘導加熱装置と測定装置とにより構成されている。

装置の前面配置を図-1に示す。

高周波誘導加熱装置と測定装置は、酸素ガス配管および高周波発振用信号ケーブルで接続されている。

はじめに高周波誘導加熱装置について述べる。

高周波誘導加熱装置を図-2に示す。

高周波誘導加熱炉を図-3に示す。

高周波誘導加熱装置は、外径約30mm、長さ約200mmの石英製筒型燃焼管と、その中央よりやや下方の外側に巻いた高さ約40mm、巻数5回の加熱コイルと、これに高周波電流を供給する高周波電流を供給する高周波発振器からなる。

燃焼管は取り替えが容易で、その両端は耐熱ゴムを介して気密に金属キャップが取付けられている。上部のキャップには酸素ガス入口および炭酸ガス検出器側への出口がある。下部のキャップは酸素ガス入口と高周波炉用ルツボ台を兼ね、ルツボを燃焼管内に軽快確実に出し入れできる構造となっている。ルツボはルツボ台を介して、キャップ台上にのせ下部のキャップを気密に保ったとき、ルツボは加熱コイルのほぼ中央にセットされる。

ルツボはセラミック製のためそれ自身が高周波誘導加熱されない。このためルツボ内に助燃剤（高周波誘導加熱され易い金属、例えば、銅、錫、ニッケル、鉄など）を加えて試料の加熱、燃焼を行なう。

つぎに測定装置について述べる。

測定装置を図-4に示す。

測定装置は、炭酸ガス量検出（赤外吸収検出器）および表示部、酸素ガス系および窒素ガス系よりなる。

炭酸ガス量の検出には赤外吸光光度法が採用されている。

赤外吸光光度法において、希ガスや同一元素からなる二原子分子は、赤外領域に吸収を持たないから測定の対象にはならないが、 $\text{CO}_2$ 、 $\text{CO}$ 、 $\text{N}_2\text{O}$ 、 $\text{NO}$ などは特徴のある特性吸収を持ち、その吸収の強さと各ガス成分濃度との間には一般にランバート・ベルの法則が適用できる。したがって、赤外吸収をもたない酸素ガス中の微量の炭酸ガスの濃度変化を検出する方法として有効であり、本装置に採用されている。

赤外吸光度の測定には、分光した光を利用する分散型と分光しないで用いる非分散型とがあり、本装置には非分散型が採用されている。

本装置の赤外吸収検出器を図-5に示す。

光源（IR SOURCE）は測定用と比較用の2個があり、それぞれチョッパーで断続されて赤外吸収セルの測定側セルおよび比較側セルを通る。測定用の光は測定用セルで炭酸ガス濃



度に応じた赤外線エネルギーの吸収を受け測定側の検出セルにはいる。一方比較用の光は比較側セル内が酸素ガスのために赤外線エネルギーの吸収はなく、そのままの強さで比較側の検出セルにはいる。測定側と比較側の検出セルは互に隔膜で区分され、いずれにも被測定成分である炭酸ガスが入れている。したがって、赤外線が入射すると炭酸ガスによる赤外線エネルギーの吸収が起こり、検出セル内の温度が上がり圧力が増す。圧力の増加は赤外線エネルギーの入射量が少ない測定側検出セルのほうが小さく比較側との差は測定側赤外吸収セル内の炭酸ガスの濃度に対応する。この圧力差は隔膜の変位となって現われる。隔膜はコンデンサーの一極となっており他極は固定されているので、コンデンサーの容量変化を測定すれば炭酸ガスの濃度を知ることができる。

表示部は赤外吸収検出器で測定されたコンデンサーの容量変化を電圧変換し積算してデジタルボルトメーターで表示する。

燃焼および測定に用いられる酸素ガスの流れを図-6に示す。

赤外吸収検出器の雰囲気ガスの流れを図-7に示す。

酸素ガスは、市販酸素ガスボンベより供給され減圧弁を介して測定装置に導びかれる。測定装置では精製カラムを通して酸素ガス中の不純物を除去したのち、マニホールドで比較側と測定側の流路に分かれる。

比較側の酸素ガスは、赤外吸収セルの比較側を流れ、赤外線エネルギー吸収量の補正をしたのち大気中に放出拡散される。

測定側の酸素ガスはLANCEとPURGEとに分かれ、LANCE側の酸素ガスは途中圧力計および圧力スイッチを作動させ、燃焼炉上部よりルツボ内に向けて噴出する。一方、PURGE側の酸素ガスは燃焼炉下部より炉内に入る。燃焼炉内に入り合流したLANCEとPURGEの酸素ガスは、その一部が高周波で加熱された試料を酸化燃焼させ、試料中の炭素を炭酸ガスや一酸化炭素として酸素ガス中に抽出する。

このとき、微粉末となった試料の酸化物および試料中のイオウや水素が二酸化イオウや水となって吸着水と共に酸素ガス中に放出される。そして炭酸ガス、一酸化炭素、二酸化イオウ、水および試料酸化物を含む測定側の酸素ガスは燃焼炉上部より外に流れ出る。

燃焼炉の外に出た測定側の酸素ガスは、ダストトラップで試料酸化物の微粉末が除去され、測定装置側にもどる。

測定装置にもどった測定側の酸素ガスは、アンハイドロン、酸化触媒炉、セルロースフィルターを通る。アンハイドロンは酸素ガス中の水分を除去する。酸化触媒炉では一酸化炭素を二酸化炭素（炭酸ガス）に、二酸化イオウを三酸化イオウに酸化し、三酸化イオウはセルロースフィルターで捕捉される。

つぎに、炭酸ガスを含む測定側の酸素ガスは、圧力および流量を調整され、赤外吸収セルの測定側に入ったのち大気中に放出拡散される。

赤外吸収セルの測定側に入った酸素ガス中の炭酸ガスは、その濃度に応じて赤外線エネルギー

—を吸収する。

赤外吸収セル，光源および検出セルを収めた検出器内は，赤外線エネルギーを吸収しない窒素ガスを雰囲気ガスに用いている。

窒素ガスは市販窒素ガスボンベより供給され減圧弁を介して測定装置に導びかれる。

装置では窒素ガス中の水分はアンハイドロンで除去されたのち流量調節弁および流量計を通過して赤外吸収検出器内にはいる。

赤外吸収検出器内にはいった窒素ガスは，器内雰囲気を一定条件に保持したのち大気中に放出拡散される。

## 4. 装置各部および機能

### 4.1 高周波誘導加熱装置の各部および機能

図-2に装置の前面を示す。

配置されたスイッチ、ボタン、ハンドルなどの主要なものの機能を次に示す。

#### 1) HIGH VOLTAGE SWITCH & LIGHT

高周波発振器の高圧電源スイッチで、ONのときライトがグリーンに点灯する。

#### 2) GRID CURRENT METER

高周波発振器のグリッド電流を指示する。

#### 3) DUST TRAP

試料の燃焼により生ずる金属酸化物などの微粉末を除去する。

#### 4) LANCE INLET

炉内のルツボに向けて噴出する酸素ガスの入口

#### 5) COMBUSTION TUBE HOUSING

ハウジング内部を図-3に示す。

炉内にセットされたルツボ中の試料は、誘導コイルから発する高周波によって加熱され炉管内を流れている酸素と反応して燃焼する。

#### 6) PLATE CURRENT METER

高周波発振器のプレート電流を示す。

#### 7) FILAMENT VOLTAGE SWITCH & LIGHT

高周波発振器のフィラメントの印加電圧をON-OFFするためのスイッチでONのときライトがグリーンに点灯する。

#### 8) HANDLEおよびKNOB

燃焼炉の開閉は、ノブを少し上げてハンドルを手前に90°廻し、次にノブを下に降すとルツボを支えているセンターポストが下がり炉が開かれる。閉じるときはその逆の手順を行なう。

### 4.2 測定装置の各部および機能

#### 4.2.1 測定装置前部

図-4に測定装置の前面を示す。

配置されたスイッチ、ボタンなどで主要なものの機能を次に示す。

#### 1) POWER ON SWITCH & LIGHT

測定装置のAC電源をON-OFFするときに用いる。

ONのときライトが淡黄色に点灯して、装置の電気回路が作動していることを示す。

#### 2) OXYGEN FLOW SWITCH & LIGHT

ONのとき酸素ガス系のソレノイドバルブが開き、ランプが淡黄色に点灯する。

3) STAND-BY & LIGHT

FUNCTION SELECTがOPERATEの位置にあるときは、ライトがグリーンにそれ以外のときには赤く点灯する。

4) ANALYZE & LIGHT

ランプがグリーンに点灯しているとき、このボタンを押すと自動的に分析操作や結果の表示が行なわれる。

5) CARBON & LIGHT

このライトが淡黄色のときは装置が分析値を解析していることを示し、グリーンときはDVMの表示を読んでよいことを示す。

6) FUNCTION SELECT

いろいろな操作や試験のモードを選定するためのスイッチで、次に示す種々のモードに切換えて使用する。

① DVM ZERO : DVMの零調整を行なうとき、および、DC POWER SUPPLY, FILAMENT & POWERを調整するときの位置

② INTEGRAL BALANCE : 炭素（炭酸ガスとして）の赤外吸光度積算回路を調整するときの位置

③ T/H BALANCE : 赤外吸光度測定回路のバランスを調整するときの位置

④ LINEAR OUT PUT : 赤外吸収セルの出力シグナルが直線となるように調整するときの位置

⑤ CELL OUT PUT : 赤外吸収セルの出力シグナルを零調整するときの位置

⑥ OPERATE : 試料の分析を行なうとき、および、COMP. BIAS や燃焼時間を調整するときの位置

⑦ INTEGRAL CHECK : 赤外吸光度の変化の出力シグナルを積算する回路をチェックするときの位置

⑧ CALIBRATE : 炭素表示値を調整するときの位置

7) FUNCTION ADJUST PANEL

パネルを図-8に示す。

赤外吸収検出器を正確に働かせるための電圧、電流および、それらのバランスを測定して、調整する機能を持つ。

8) CELL ADJUST LIGHT

赤外吸収セルの出力の調整がずれているときに赤く点灯する。

9) DVM

炭素の測定値をパーセントまたは、ppmで表示する。また装置調整の際には電圧でその値をデジタル表示する。

10) DVM ZERO ADJUST

DVMの電氣的零点を調整するための可変抵抗器

11) DVM TEST JACK

調整時にDVMに信号を入力させる差込み口

12) WEIGHT COMPENSATORS

試料の重量を設定するダイヤル。3個あり、左から1および0.1, 0.01, 0.001グラムの桁を設定する。また、このダイヤルは、HIGH RANGEとLOW RANGEを切換える機能も備え、HIGH RANGEに設定するとパーセントでLOW RANGEに設定するとppmで測定値を表示する。

13) CALIBRATION

キャリブレーションを行なっているときのDVM表示を調整するためのダイヤルで、HIGH RANGE用とLOW RANGE用の2個が設けられている。

14) BLANK ADJUST

空試験値を自動的に差引くための設定ダイヤル

15) RECORDER SOCKET

DVM入力信号の記録計用端子

16) OVEN INDICATOR

赤外吸収セルの恒温槽加熱用ヒーターに通電がなされていることを示すランプで、恒温槽の温度が一定温度に達すると、点灯している時間が短くなる。

17) MEASURE PRESSURE GAUGE

測定系の酸素ガス圧力をPSIG (1PSIGは $0.07031 \text{ kg/cm}^2 \text{ G}$ ) で表示する。

18) CELL PURGE FLOW ROTOMETER

セルパーズ用窒素ガスの流量を $\ell/\text{min}$  で表示する。

19) MEASURE FLOW ROTOMETER

赤外吸収セルの測定側を通して出てくる酸素ガスの流量を $\text{ft}^3/\text{hr}$  は $472 \text{ cc}/\text{min}$  で表示する。

LOW RENG用とHIGH RANGE用の2個がある。

#### 4.2.2 測定装置内部の電気回路部

エレクトロニクスドローワー、恒温槽電気回路、ガス系切換回路、デジタルボルトメーター、触媒炉の電源および高周波発振器の制御回路により構成されている。

エレクトロニクスドローワー内部を図-9に示す。

それぞれのプリント基板に、 $\pm 15 \text{ VDC}$ 電源、 $+26 \text{ VDC}$ 供給電源、燃焼時間調整部、赤外線光源ランプフィラメント電流調整部および測定レンジ調整部が収められている。

#### 4.2.3 測定装置側面および裏面部

図-10 および図-11 に側面を、図-12 に裏面を示す。

- 1) 図-10 に示す位置には、酸素ガス精製部のアスカライト・アンハイドロントラップが設けられている。
- 2) 図-11 に示す位置には、パージ用酸素のダストトラップ、セルパージ用窒素ガスの水分除去トラップ（アンハイドロントラップ）、測定ガス酸化触媒炉（白金触媒炉）、三酸化イオウトラップ（セルロースフィルター）および水分トラップ（アンハイドロントラップ）が設けられている。

酸化触媒炉は、図-12 に示すスナップスイッチのノブを上倒すことによりONとなり、電気炉に通電されて、炉内の触媒がその有効温度（350℃）に保持される。

- 3) 図-12 に示す位置には、電源コード、高周波誘導加熱炉作動信号コードソケット、ヒューズ、酸化触媒炉用電源スイッチおよび酸素ガス（測定系および比較系）の出口が設けられている。

#### 4.3 ガス系統

##### 1) 酸素ガス精製部

アスカライトとアンハイドロンの充てんされているガラスチューブで構成され、図-10 に示す位置に設けられている。

ここでは、酸素ガス中の不純物である炭酸ガスおよび水分がアスカライトおよびアンハイドロンに吸着除去される。

##### 2) 試料燃焼、ガス抽出部

セラミックルツボ中の試料および助燃剤が高周波により加熱燃焼され、炭素は一酸化炭素として酸素ガス中に抽出される。

このとき試料中のイオウは二酸化イオウとして、また、水素は吸着水と共に水として同時に抽出される。

酸素ガス中に抽出された一酸化炭素および二酸化イオウの一部は、酸素と反応して炭酸ガスおよび三酸化イオウとなる。

##### 3) 酸化および分離部

2)で抽出されたガスは、酸素ガスをキャリアーとして酸化および分離部に送られる。

ここでは、酸素ガス中の水分がアンハイドロンで除去されたのち、一酸化炭素および二酸化イオウは白金触媒で酸化されて炭酸ガスおよび三酸化イオウに変換される。つぎに、グラスウールでガス中の微粒子が、セルロースフィルターで三酸化イオウが除去される。

炭酸ガスを含む酸素ガスは、つぎに圧力調整および流路切換え部へ入る。

##### 4) 圧力調整および流路切換え部

図-13 に低濃度測定時のマニホールドおよび赤外吸収セルの酸素ガスの流れを示す。

図-14に高濃度測定時のマニホールドおよび赤外吸収セルの酸素ガスの流れを示す。

試料中の炭素含有量が高いか低いかをあらかじめ予測して、分析者が装置のRange 切換えを行なう。これにより試料の燃焼にあずかった酸素ガスは自動的に図-13または、図-14の流路を通る。

測定側の炭酸ガスを含む酸素ガスは、赤外吸収セルにはいる前に圧力調整器で一定の圧力に調整される。つぎに、マニホールドにはいり測定レンジ設定側の測定側赤外吸収セル（LOW RANGE のときは低濃度用赤外吸収セル、HIGH RANGE のときは高濃度用赤外吸収セル）にはいる。

一方、比較側の酸素ガスは、オリフィスで流量を一定にされたのち、常に比較側の赤外吸収セル（低濃度用および高濃度用）を通ったのちマニホールドにはいる。マニホールドに入った比較側の酸素ガスは、測定側の赤外吸収セルの低濃度用または、高濃度用セルのどちらか一方（測定側酸素ガスが低濃度用セルに流れる場合には、比較側酸素ガスは高濃度用セルを流れる）にはいるように切換えられる。

#### 5) 検 出 部

測定側の赤外吸収セルの低濃度用または、高濃度用のいずれかに入った測定側酸素ガス中に含有される炭酸ガス量は、赤外吸収量として測定され増巾されてデジタル表示される。

#### 6) 流 量 計

赤外吸収セルを通った酸素ガスは、流量計で流量を測定されたのち大気中に放出される。

このとき比較側の酸素ガスが流れる流量計は、酸素ガスの流量がオリフィスでしぼられているために少なく流量計には指示されない。

#### 7) 赤外吸収部パージガス（窒素ガス）系

市販窒素ガスボンベより二段圧力調整器を介して供給されたパージガスは、アンハイドロントラップを通過してガス中の水分が除去される。つぎに、流量調節弁で規定の流量(0.4 L/min)に調整され流量計を経て赤外吸収検出器に入る。検出器内に入ったガスは、赤外吸収検出器の内側雰囲気を一定純度に保持したのち大気中に放出される。

## 5. 操 作 法

### 5.1 準 備

#### 5.1.1 スタートアップ前準備

この準備は、装置が通電後8時間以上経過しないと安定しないため、分析操作をする前日に行なう。

- 1) アスカライト・アンハイドロン, アンハイドロン, グラスウールおよびセルロースフィルターの充てん物を点検する。
  - ① MEASURE OXYGEN INLETのアスカライト・アンハイドロンは毎日交換する。
  - ② ボンベからのガス入口のアスカライト・アンハイドロンはボンベ交換毎に交換する。
  - ③ 白金酸化触媒は毎週1回洗浄する。(毎日使用したとして)
  - ④ セルロースフィルターは50%変色していたら交換する。
- 2) 酸素ガスボンベの元栓を開き酸素ガスボンベの圧力調整器の一次圧力を測定する。  
圧力の指示が $30 \text{ kg/cm}^2$ 以下の場合には、新しいボンベと交換する。
- 3) ボンベ元栓, 圧力調整器接続部および圧力調整器の漏れチェックを石けん液で行なう。  
漏れのある場合には、増し締めなどにより漏れを止める。
- 4) 酸素ガス圧力調整器のハンドルを右に静かに廻して二次側の圧力を $1.6 \text{ kg/cm}^2$ に合わせる。
- 5) 測定装置裏側にある酸素ガス出口のめくらプラグ2個 (LOW & HIGH RANGE) を取りはずす。
- 6) 酸素ガス圧力調整器の出口弁を全開にする。
- 7) 電源用定電圧装置のブレーカーをONとする
- 8) 定電圧装置のパイロットランプが点灯し, 出力電圧計が $220 \text{ V}$ を指示していることを確める。  
パイロットランプが点灯せず, また, 出力電圧計の指示が零のときは, 実験端子盤内のブレーカがOFFとなっているのを確め, ONにする。
- 9) POWER ONスイッチを押す。(ランプが点灯する)
- 10) OXYGEN FLOWスイッチを押す。(OXYGEN FLOWおよびSTAND-BYランプが点灯する)
- 11) MEASURE PRESSURE GAUGEが $20 \sim 22 \text{ psi}$ を指示していることを確める。
  - ① 高周波加熱装置の燃焼室が開いていると指示値は零となるので完全に閉じる。
  - ② 指示値に差があるときは, 酸素ボンベの圧力調整器の圧力調整ハンドルを静かに廻して $21 \text{ psi}$ に合わせる。



- 12) WEIGHT COMPENSATORS ダイアルの左側のダイアルツマミを動かして、HIGH RANGEとLOW RANGEの切換えを行ないMEASURE FLOW ROTOMETERのHIGHおよびLOWの流量計の指示がそれぞれ指示することを確認する。
- 13) 5)で取りはずしためくらプラグ（2個）を元の位置に取りつける。
- 14) 酸素ポンベの圧力調整器の出口弁を閉じる。
- 15) MEASURE PRESSURE GAUGEの指示圧力の降下が20分間で1 psi以内であれば16に進む。

圧力の降下が大きいときは、酸素ガス流路に漏れがあるので漏れを調べて部品交換や増し締めなどの処置を行ない、漏れをなくする。

- 16) 窒素ガスポンベの元栓を全開として、窒素ガスポンベの圧力調整器の一次圧力を測定する。

圧力の指示が $50 \text{ kg/cm}^2$ 以下の場合には、新しいポンベと交換する。
- 17) ポンベ元栓、圧力調整器接続部および圧力調整器の漏れチェックを石けん液で行なう。漏れのある場合には増し締めなどにより漏れを止める。
- 18) 窒素ガス圧力調整器のハンドルを右に静かに廻して二次側の圧力を $0.63 \text{ kg/cm}^2$ に合わせる。
- 19) 圧力調整器の出口弁を全開とする。
- 20) PURGE FLOW ニードルバルブを静かに左に廻して全開とする。

窒素ガスの流れをROTOMETERで確認する。
- 21) PURGE FLOW ニードルバルブを静かに右に廻し全閉とする。
- 22) OXYGEN FLOW スイッチを押しOFFにする。
- 23) 酸素ガスポンベの圧力調整器の圧力調整ハンドルを左に3回廻し、つぎに酸素ガスポンベ元栓を全閉とする。
- 24) 窒素ガスポンベの圧力調整器の出口弁を閉じ圧力調整ハンドルを左に3回廻し、つぎに窒素ガスポンベ元栓を全閉とする。
- 25) 測定装置裏面の酸化触媒炉用スナップスイッチを上側に倒し、装置が安定するのを待つ。（8時間以上）

#### 5.1.2 スタートアップ

- 1) 酸素ガスポンベ元栓を全開とする。
- 2) 酸素ガスポンベの圧力調整器の圧力調整ハンドルを静かに右に廻して圧力調整器の二次側圧力を $1.6 \text{ kg/cm}^2$ に調整する。
- 3) 酸素ガスポンベの圧力調整器の出口弁を全開とする。
- 4) 測定装置裏側にある酸素ガスの出口めくらプラグ2個（HIGH & LOW RANGE）を取りはずす。

- 5) OXYGEN FLOWスイッチを押しONとする。  
OXYGEN FLOWランプが点灯する。
- 6) MEASURE PRESSURE GAUGEの指示が21psiとなるように、酸素ガスボンベの圧力調整器の圧力調整ハンドルを静かに廻し規定の圧力に調整する。  
指示が低い場合は右に、高い場合には左に廻す。
- 7) STAND-BYランプが点灯する。
- 8) 窒素ガスボンベ元栓を全開とする。
- 9) 窒素ガスボンベの圧力調整器の圧力調整ハンドルを静かに右に廻して二次圧力計の指示を $0.63\text{ kg/cm}^2$ に合わせる。
- 10) 窒素ガスボンベの圧力調整器出口弁を全開とする。
- 11) PURGE FLOWニードルバルブを静かに左に廻し全開とする。  
15分間待つ。
- 12) PURGE FLOWニードルバルブを静かに右に廻してPURGE FLOW ROTOMETERの指示が $0.4\text{ l/min}$ になるように流量を調節する。

#### 5.1.3 調 整 (エレクトロニックチェック)

分析を最良の状態で行なうため装置の測定電源のチェックおよび調整はPOWER ONスイッチを入れてから8時間以上経過した後に行なう。

- 1) OXYGEN FLOWスイッチを押し酸素ガスの流れを止める。  
OXYGEN FLOWランプは消灯する。
- 2) FUNCTION SELECTスイッチをDVM ZEROの位置にセットする。
- 3) WEIGHT COMENSATORSのダイヤルをHIGH RANGEで1.000グラムに合わせる。
- 4) DVM ZEROコントロールを廻してDVMの表示を0.000に合わせる。
- 5) テストリード線のプラグをDVMのテストジャックに挿し込む。
- 6) ELECTRONIC CHASSIS DRAWER (図-9)を手前に引き出す。  
引き出し難いときは、DRAWERの取手下にある固定ビスをゆるめてから引き出す。
- 7) テストリード線の二又プラグの赤線側をTP-3(緑)に黒線側をTP-2(黒)に差し込む。
- 8) DVMの表示が $1.500 \pm 0.030$ であることを確認する。  
この範囲内でない場合には、DRAWER内の $\pm 15\text{ VDC POWER SUPPLY CARD}$ のR-13をドライバーで廻して調節する。
- 9) テストリード線の二又プラグを抜き、つぎに赤線側をTP-1(赤)に、黒線側をTP-2(黒)に差し込む。
- 10) DVMの表示が $1.500 \pm 0.030$ であることを確認する。

この範囲内でない場合には、DRAWER内の±15 VDC POWER SUPPLY CARDのR-14をドライバーで廻して調節する。

- 11) テストリード線の二又プラグを抜き、つぎに赤線側をTP-4(黄)、黒線側をTP-5(黒)に差し込む。
- 12) DVMの表示が $0.800 \pm 0.005$ であることを確認する。

この範囲内でない場合には、DRAWER内のFILAMENT & POWER CARDのR-4で調節する。

- 13) テストリード線の二又プラグを抜き、つぎに赤線側をTP-6(白)に、黒線側をシャーシにアースする。
- 14) DVMの表示が $2.600 \pm 0.050$ でない場合には、DRAWER内の±26 VDC POWER SUPPLY CARDのR-1で調節する。
- 15) テストリード線の二又プラグを抜き、プラグをDVMのテストジャックから抜く。
- 16) FUNCTION SELECTスイッチをINTEG. BAL.の位置にする。
- 17) DVMの表示を読み、それが0.000でない場合には、FUNCTION ADJUST PANELのOVEN CARD ADJUSTMENTSのINT. BAL.を小さなマイナスドライバーで廻してDVMの表示を0.000に合せる。
- 18) STAND-BYスイッチを押してから、FUNCTION SELECTスイッチをT/H BAL.の位置にする。
- 19) DVMの表示を読み、それが0.000でない場合には、FUNCTION ADJUST PANELのOVEN CARD ADJUSTMENTSのT/H BAL.をドライバーで廻して0.000に合せる。
- 20) FUNCTION SELECTスイッチをCELL O/Pの位置にする。

DVMの表示を読み、それが0.000でない場合には、FUNCTION ADJUST PANELのOVEN CARD ADJUSTMENTSのCELL ADJ.をドライバーで廻して0.000に合せる。

どうしても0.000に合せることができない場合には、つぎの操作を行なう。

- ① テストリード線のプラグをDVMのテストジャックに差し込む。
- ② テストリード線の二又プラグの赤線側をFUNCTION ADJUST PANELのOVEN CARD ADJUSTMENTSのCELL BIASに、黒線側をCOM.に差し込む。
- ③ FUNCTION ADJUST PANELのOVEN CARD ADJUSTMENTSのCELL ADJ.をドライバーで廻してDVMの表示を0.027に合せる。
- ④ テストリード線の二又プラグを抜き、つぎにDVMのテストジャックからプラグを抜く。
- ⑤ OVEN DOORの取付ビスをゆるめて、ドアを開く。(内部プリント基板はソケット)

トに差しておく)

- ⑥ 赤外吸収検出器の LOCK SCREW (図-15) をゆるめる。
- ⑦ 赤外吸収検出器の MECHANICAL CELL ADJUST SCREW (図-15) を左に廻して DVM の表示を 0.000 に合せる。  
赤外吸収検出器の出力には零点が 2 箇所 (図-18) あるので正しい方の零点に合せる。  
もし、MECHANICAL CELL ADJUST SCREW を左に廻し、DVM の表示がプラス側に増えるようであれば、右に廻し 0.000 に合せる。
- ⑧ LOCK SCREW を締める。
- ⑨ OVEN DOOR を閉じる。
- ⑩ 恒温槽内温度が +50℃ で安定するまで (30 分以上) 待つ。
- ⑪ FUNCTION ADJUST PANEL の OVEN CARD ADJUSTMENT の CELL ADJ. をドライバーで廻して DVM の表示を 0.000 に合せる。
- ⑫ FUNCTION SELECT スイッチを LINEAR O/P の位置にする。
- ⑬ FUNCTION ADJUST PANEL の LINEAR CARD ADJUSTMENTS の ZERO ADJ. をドライバーで廻して DVM の表示を 0.000 に合せる。
- 22) FUNCTION SELECT スイッチを OPERATE の位置にする。
- 23) STAND-BY スイッチを押し、テストリード線のプラグを DVM のテストジャックに差し込む。
- 24) テストリード線の二又プラグを FUNCTION ADJUST PANEL の OVEN CARD ADJUSTMENTS の COMP. BIAS に赤線側を、COM に黒線側を差し込む。
- 25) OVEN CARD ADJUSTMENTS の COMP. ADJ. をドライバーで廻し、DVM の表示を 0.005 に合せる。
- 26) テストリード線の二又プラグを抜く。
- 27) テストリード線のプラグを DVM のテストジャックから抜く。
- 28) ストップウォッチを用意する。
- 29) ANALYZE スイッチを押し同時に計時を始める。
- 30) ANALYZE スイッチのランプが 30 ± 2 秒後に淡黄色からグリーンに変わる。  
もし、この値よりずれている場合は、ELECTRONIC CHASSIS DRAWN 内の TIMER CARD の BURN TIME ADJUST (R-19) を調整 (右廻しが増加する) して 30 秒になるように合せる。
- 31) STAND-BY スイッチを押し 29) および 30) の操作を繰り返して ANALYZE スイッチのランプが淡黄色からグリーンに変化するまでの時間を 30 秒に合せる。
- 32) OXYGEN FLOW スイッチを押し ON とする。

## 5.2 測 定

### 5.2.1 キャリブレーション

- 1) INDUCTION FURNACEのFILAMENT VOLTAGEスイッチおよびHIGH VOLTAGEスイッチを押す。  
ランプが淡黄色およびグリーンに点灯する。
- 2) FUNCTION SELECTスイッチをCALIBRATEの位置にする。
- 3) BLANK ADJUSTダイアルのロックをはずしてBLANK ADJUSTダイアルを零としたのち、再びロックする。
- 4) 分析試料の炭素予想含有率に合わせてWEIGHT COMPENSATORの設定をHIGH RANGE又はLOW RANGEの1.000グラムに設定する。
- 5) ルツボに助燃剤(Leco 501-263 Copper Metal Accelerator)を1スコップ(Leco 501-263 Scoop)入れる。
- 6) INDUCTION FURNACEのハンドルを上げ気味として手前に90°廻したのち、下方に下げて炉を開く。
- 7) 5)で準備したルツボをPEDESTALの上に載せる。
- 8) ハンドルを押し上げ、90°左横に廻して炉を閉じる。
- 9) ANALYZEランプが淡黄色からグリーンに変わるまで待つ。
- 10) ANALYZEスイッチを押す。
- 11) CARBONランプがグリーンに変わったときにDVMの表示値を読み記録する。
- 12) 新しいルツボに助燃剤を1スコップ入れる。
- 13) 炉を開き、使用済のルツボをPEDESTALより取り除く。
- 14) 12)で準備したルツボをPEDESTALの上に載せる。
- 15) 8)~14)の操作を4回繰り返す。
- 16) 8)~11)の操作を行なう。
- 17) 15)および16)の操作で得られたDVMの読みの値の平均値を求め空試験値とする。
- 18) 炉を清掃(6 メンテナンス, 6.4 炉の清掃および保守の手順による)する。
- 19) 新しいルツボに助燃剤を1スコップ入れる。
- 20) 19)で用意した新しいルツボをPEDESTALの上に載せる。
- 21) ANALYZEスイッチのランプがグリーンに変わったらANALYZEスイッチを押す。
- 22) Lecoの標準試料又は校正用試料(分析試料中に予想される炭素含有率に近い標示値のものを選ぶ)1個(1ヶ当りが1gとしての含有率で標示されている)をできるだけルツボの中心に位置するように入れ、その上に助燃剤を1スコップ入れる。
- 23) 炉を開き、使用済のルツボを取り出す。
- 24) 22)で準備したルツボを炉内にセットする。
- 25) ANALYZEスイッチがグリーンに変わったらANALYZEスイッチを押す。

- 26) CARBON ランプがグリーンに変化したときのDVMの表示値を読み、記録する。
- 27) 同一の標準試料又は校正試料を用いて22)～26)の操作を5回繰り返す。
- 28) 得られた読みの値を平均して、17)の操作で得られた空試験値を差引き、試料の測定値を求める。

ここで得られた測定値が、使用した標準試料等の標示値と一致すれば、5.2.2 測定の操作に移る。

測定値と標示値の差が誤差範囲外である場合にはつぎの操作を行なう。

- 29) 校正している側のレンジのCALIBRATIONコントロールダイヤルのロックをはずす。
- 30) 22)～25)の操作を行なう。
- 31) CARBON ランプがグリーンに変化した直後の5秒以内に、CALIBRATIONコントロールを廻して、DVMの表示値を、28)で得られた測定値と標準試料等の標示値との差の分だけずらす。  
すなわち、標示値より28)で得られた測定値が低かった場合には、その差の分だけCARBONランプがグリーンに変化したときのDVMの表示値にプラスする。測定値が高かった場合には、マイナスする。
- 32) CALIBRATIONコントロールダイヤルをロックする。
- 33) 炉を清掃する。

#### 5.2.2 空試験値の測定と補正

試料の分析を行なう前にルツボに試料を入れないで測定したときの測定値すなわち、空試験値の測定を行なう。

- 1) FUNCTION SELECTスイッチをOPERATEの位置にする。
- 2) ルツボに助燃剤を1スコップ入れる。
- 3) INDUCTION FURNACEのハンドルを操作して炉を開く。
- 4) 2)で用意したルツボを炉内にセットする。
- 5) 炉を閉じる。
- 6) ANALYZEスイッチのランプがグリーンになったらANALYZEスイッチを押す。
- 7) CARBONランプがグリーンに変化するまで待ち、変化したらDVMの表示を読み、記録する。
- 8) 2)～7)の操作を5回繰り返して、それぞれのDVMの表示値の平均値を求め、空試験値とする。
- 9) BLANK ADJUSTダイヤルのロックをはずし、図-21のデーターを参照して、空試験値を差し引く分だけダイヤルを廻す。

例えば、仮に空試験値が11 ppmであったとすると、マイナス11 ppmにすれば空試

験値の分が差し引かれ、DVMの表示は0 ppmとなる。このマイナス11 ppmは、BLANK ADJUSTダイヤル目盛で1.385に相当する（図-21参照）ので、この値にダイヤル目盛を合せればよい。

- 10) BLANK ADJUSTダイヤルのロックをする。
- 11) 炉を清掃する。

### 5.2.3 試料の分析

- 1) FUNCTION SELECTスイッチをOPERATEの位置にする。
- 2) 試料をルツボの中央部に入れ、その上に助燃剤1スコップを入れる。
- 3) INDUCTION FURNACEのハンドル操作をして炉を開く。
- 4) 炉内の使用済みルツボを取り出す。
- 5) 2)で用意したルツボをPEDESTALの上にセットする。
- 6) 炉を閉じる。
- 7) 重量補正ダイヤルをルツボに入れた試料重量に合せる。
- 8) ANALYZEスイッチのランプがグリーンに変化したらANALYZEスイッチを押す。
- 9) CARBONランプがグリーンになったらDVMの表示を記録する。
- 10) 2)~9)の操作を繰り返して次の試料の分析を行なう。
- 11) 試料分析25回毎に炉の清掃をする。

### 5.3 停 止

- 1) 炉を開きルツボを取り出す。
- 2) 炉を清掃する。
- 3) 炉を閉じる。
- 4) ダストフィルターのガラスウールを交換する。（6.3 ダストフィルター交換法による）
- 5) INDUCTION FURNACEのHIGH VOLTAGEおよびFILAMENT VOLTAGEのスイッチを押しOFFにする。
- 6) 測定装置裏面の酸素ガス出口（Low & HIGH）に専用の盲プラグをする。
- 7) OXYGEN FLOWスイッチを押しOFFにする。
- 8) POWER ONスイッチを押しOFFにする。
- 9) 酸素ガスポンベの圧力調整器の出口弁を全閉にする。つぎに、圧力調整器の圧力調整ハンドルを左に3回廻す。
- 10) 窒素ガスポンベの圧力調整器の出口弁を全閉にする。つぎに、圧力調整器の圧力調整ハンドルを左に3回廻す。
- 11) 電源用定電圧装置のブレーカをOFFにする。

## 6. メンテナンス

### 6.1 アスカライト・アンハイドロン, アンハイドロン, ガラスウールおよびセルロースフィルターとの交換

- 1) 交換しようとするガラスチューブと同じ寸法の清浄なガラスチューブを用意する。
- 2) ガラスチューブ内に必要量の充てん物をつめ, ガラウールで押える。
- 3) メタルスクリーンをはめる。(図-16 参照)
- 4) ガラスチューブの両端のOリングに接する部分にシリコングリースをうすく塗る。
- 5) 装置からガラスチューブを取りはずす。

ガラスチューブをまわしながら下端または上端の金属皿を押し下げまたは, 押し上げてガラスチューブを取りはずす。

- 6) 1)~4)で用意したガラスチューブを所定の位置に取り付ける。  
5)の手順を逆に行なう。
- 7) ガラスチューブを2~3回転させてグリースが平均にいきわたるようにする。
- 8) 取りはずしたガラスチューブは, メタルスクリーン, ガラスウールおよび充てん物を取り去った後, 洗浄して乾燥する。
- 9) メタルスクリーンは, 整形したのち洗浄して乾燥する。
- 10) 乾燥したガラスチューブおよびメタルスクリーンは再使用できるようにして保管する。

### 6.2 白金触媒の洗浄

この作業は, 触媒炉の電源をOFFとして, 炉が十分冷却された後に行なう。

- 1) 白金触媒炉のカバーを上げてフックよりはずす。
- 2) ガラスチューブをまわしながら上端の金属皿を押し上げる。
- 3) 白金触媒炉の差し込みを抜き, ガラスチューブを炉と一緒に取りはずす。
- 4) 炉からガラスチューブを引き抜く。
- 5) ガラスチューブ内の白金触媒を取り出す。
- 6) ガラスチューブは洗浄したのち乾燥させておく。
- 7) 白金触媒を蒸留水で洗い, つぎに沸騰している濃塩酸の中に5分間入れ, その後, 水道水で十分洗浄し, 蒸留水で洗って乾燥する。
- 8) 白金触媒をガラスチューブ内に充てんする。
- 9) ガラスチューブの両端のOリングに接する部分にシリコングリースをうすく塗る。
- 10) 白金触媒炉にガラスチューブを差し込む。
- 11) 白金触媒炉の差し込みを挿入しながらガラスチューブの下部を接続する。
- 12) ガラスチューブを廻しながら上端の金属皿を押し下げて接続する。
- 13) 白金触媒炉のカバーを取り付ける。



### 6.3 ダストフィルターの交換

図-17にダストトラップの組立図を示す。

- 1) CLIP RETAINERを上を開く。
- 2) PLUNGERをBLOCK側に押し込みCYLINDERと切りはなす。
- 3) CYLINDERをADAPTERから取りはずす。
- 4) CYLINDER“O”RINGを点検し異常があれば交換する。
- 5) CYLINDER内のガラスウール（ガラスウールはシリンダー内に3等分に収まるような大きさに丸めてある）のADAPTER側を1丸め取り去る。
- 6) CYLINDER内のガラスウールをBLOCK側から押してADAPTER側へ1丸め分ずらす。
- 7) 新しいガラスウールを5)で取り去ったガラスウールと同じ大きさに丸める。
- 8) 丸めたガラスウールをCYLINDERのBLOCK側に充てんする。
- 9) “O”RINGを実験用ティッシュペーパーでよくぬぐい清浄にする。
- 10) “O”RINGにシリコングリースをうすく塗る。
- 11) CYLINDERをADAPTERに取り付ける。
- 12) PLUNGERをBLOCKから引き出してCYLINDERに接続する。
- 13) CYLINDERを2～3回廻して、“O”RINGをなじませる。
- 14) CLIP RETAINERを閉じる。

### 6.4 炉の清掃および保守

作業は、図-5および図-6を参照して行なう。

#### 6.4.1 炉の清掃

- 1) 炉を開き、古いルツボを取り出す。
- 2) PEDESTALおよびPLUGをPEDESTAL POSTより取りはずす。
- 3) 炉管内をワイヤブラシ（Part No.501-082）を用いて清掃する。
- 4) 電気掃除器で炉管内部および下部受皿上のダストを吸引して清掃する。
- 5) 炉管下部の“O”RINGの汚れを実験用ティッシュペーパーでぬぐいとる。
- 6) “O”RINGにシリコングリースをうすく塗る。
- 7) PEDESTALおよびPLUGをPEDESTAL POSTにセットする。
- 8) ルツボをPEDESTAL上にセットする。
- 9) 炉を閉じる。

#### 6.4.2 炉管およびランスジェットの交換

- 1) 炉を開き、古いルツボを取り出す。
- 2) PEDESTALおよびPLUGを取りはずす。
- 3) CUP ASSEMBLYを持ち上げてCENTER POSTより取りはずす。

- 4) SCREEN GUARDの取り付けネジをゆるめて取る。
- 5) SCREEN GUARDを取りはずす。
- 6) PURGE INLETの接続コネクタをゆるめて、INLET TUBEを取りはずす。
- 7) LOWER ADAPTER取り付けボルト2本を六角棒レンチで左に3回転させてゆるめる。
- 8) LOWER ADAPTER ASSEMBLYを外周で約3mm(取り付けボルトの穴の分)右にまわし、つぎに静かに下に降す。
- 9) LOWER ADAPTERより炉管をはずす。
- 10) 炉出口のダストフィルターを取りはずす。
- 11) LANCE INLETの接続コネクタをゆるめてLANCE TUBEを取りはずす。
- 12) ADAPTER SEALを左に廻して取りはずす。
- 13) LANCE JETおよびRUBBER SLEEVEを引き上げて取りはずす。
- 14) UPPER ADAPTERの取り付けボルト2本を六角棒レンチで左に3回転させゆるめる。
- 15) UPPER ADAPTER ASSEMBLYを外周で約3mm左にまわし、つぎに持ち上げて取りはずす。
- 16) UPPER ADAPTERの“O” RINGを取りはずす。
- 17) LOWER ADAPTERの“O” RING(炉管下部およびカップシール)を取りはずす。
- 18) UPPERおよびLOWER ADAPTERを、リグロインをしみ込ませた実験用ティッシュペーパーでぬぐい清掃する。
- 19) 新しいLANCE JETにRUBBER SLEEVEを取り付ける。
- 20) LANCE JETをUPPER ADAPTERの所定の位置(JETの先端を $\frac{1}{4}$ インチ炉管側に突き出す)にセットする。
- 21) NUT ADAPTER SEALをUPPER ADAPTERに取り付けて、手まわしで固く締める。
- 22) 新品の“O” RING(炉管用 Part No.762-357およびダストフィルター用 Part No.762-057)にシリコングリースをうすく塗る。
- 23) “O” RINGをUPPER ADAPTERに取り付ける。
- 24) UPPER ADAPTER ASSEMBLYを所定の位置に取り付ける。
- 25) LANCE INLETにLANCE TUBEを取り付ける。
- 26) ダストフィルターのガラスウールを交換し、所定の位置にダストフィルターを取り付ける。
- 27) 新品の“O” RING(炉管用 Part No.762-058およびカップ用 Part No.762-059)にシリコングリースをうすく塗る。

- 28) “O” RINGをLOWER ADAPTERの所定の位置に取り付ける。
- 29) 新品の炉管に付着している油脂類を、リグロインを含ませた実験用ティッシュペーパーでぬぐいとる。
- 30) 炉管をLOWER ADAPTERの所定の位置に取り付ける。
- 31) LOWER ADAPTER ASSEMBLYを所定の位置に取り付ける。
- 32) PURGE INLETにPURGE TUBEを取り付ける。
- 33) SCREEN GUARDを取り付ける。
- 34) CUP ASSEMBLYをCENTER POSTにセットする。
- 35) 炉を閉じる。

### 6.5 トラブルシューテング

正常な運転が困難な場合には、フィルター、トラップ等の備品類の交換、燃焼炉の掃除を行なう。

つぎに、5.の操作法により準備、スタートアップ、エレクトロニックチェック、キャリブレーション等の調整を行なう。

以上の作業を実施してもトラブルが解消しない場合は、以下に述べるトラブルシューテングを参考として、トラブルの原因を見つけて、その原因を除き正常な運転ができるようにする。

<u>ト ラ ブ ル</u>	<u>原 因</u>
値が高くなる	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. アンハイドロン劣化による水分</li> <li>2. 助燃剤又は試料の汚れ、ホコリ</li> <li>3. CO<sub>2</sub> パージ系不良</li> </ol>
値が低く出る（鑄鉄，鉄）	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 燃焼管の汚れ——掃除回数を増す</li> <li>2. ルツボにカバーを用いると低く出る</li> <li>3. 燃焼不十分——助燃剤不足又は不適 ルツボ位置不良，サンプル量 過大，炉の不良</li> <li>4. ランスのつまり</li> </ol>
標準試料も分析試料も低く出る	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. リーク</li> <li>2. 燃焼管汚れ</li> <li>3. 炉不良</li> </ol>

値がばらつく

1. 据付不良  
アナライザーと炉の間隔が狭すぎる  
他の高周波炉の影響
2. 燃焼不良
3. リーク
4. IR検知器のリーク

値が低くばらつく

1. CO→CO<sub>2</sub> キャタリストの汚れ  
LECOのCOインディケータ-501-489  
をMEASURE OUT LETにつなぎ、炭素  
10mg以上のサンプルを燃焼させるとキャタ  
リスト不良の場合はインディケータ-がグリ  
ンに着色します。

試料が飛散する

1. 試料に問題あり(特にステンレス), Sn助燃  
剤を加えるとよい

MEASURE PRESSUREが低い  
(燃焼時6 PSI以上が正常)

1. アンハイドロンのつめすぎ又は固着
2. ダストトラップのつまり
3. 酸素ボンベが空
4. リーク

炉がうまく閉じない

1. O-リングの汚れ

アンハイドロンが短時間で黄変する

1. ダストトラップのグラスウール不足
2. 酸素中の水分過多

アンハイドロンが流路を汚す

1. トラップのグラスウール不足

炉がONにならない

1. 酸素が流れていない
2. リーク
3. 炉のボルテージセレクトプラグがゆるんでいるか、なくなっている
4. 回路の問題

分析のサイクルが完了しない

1. プリント板の挿し込み不十分
2. 回路不良
3. COMPARATORのセッティング不良

燃焼不良

1. ランスのつまり
2. 炉不良

CELLのゼロがとれない

1. 震動によりシャッターが動いた—再調整
2. CELLの汚れ

スイッチが働かない

1. 可動部破損—交換
2. 断線
3. 回線不良

ランプがつかない

1. 電球切れ
2. スイッチ破損
3. 断線
4. 回路不良

アナライザーがONにならない

1. VOLTAGE SELECTプラグのゆるみ又は粉失
2. 電線が切れている
3. ヒューズが飛んでいる
4. 回路不良

## 7. 試料の調整

### 7.1 試料の採取

試料が塊、板、はく、棒、管および線の場合には、適当な工作機械、工具を用いて分析試料を切り出す。

工具類は、あらかじめエチルアルコール、エチルエーテル、リグロインなどで清浄にし、切削速度をおとして発熱させないようにする。

切り出しが困難な形状または材質の試料の場合は、適当な工具を用いて小片とする。また、小片にしにくい試料の場合は、粉碎して細粒とする。

試料が粉状の場合には、適当な方法でよく混ぜ合せた後、供試体<sup>注1</sup>として分析試料<sup>注2</sup>の約10倍量を清浄な器具を用いてとる。

### 7.2 分析試料の調整

#### 7.2.1 塊状試料の調整

7.1によって採取した塊状の試料は、試料表面をやすり研磨して調整する。

- 1) 試料の表面は、あらかじめ試料と同種金属でこすった荒目、中目または細目のやすりで新しい表面がでるまで研磨する。
- 2) 研磨した試料は、洗浄溶媒をしみ込ませたガーゼで表面を強くふいた後、溶媒中で超音波洗浄する。
- 3) 洗浄した試料は、清浄なピンセットではさみ、送風乾燥する。
- 4) 送風乾燥して溶媒を完全に除去した試料は、結晶皿などに入れてデシケータ中に保管する。
- 5) 酸化および炭化されやすい試料は、できるだけ早く質量をはかりすぐに分析する。
- 6) 試料の質量をはかった後、ルツボに直接試料を入れ助燃剤を加えて測定する。

#### 7.2.2 小片、粉末および細粒試料の調整

7.1によって採取した供試体からその一部を分取し、脱脂洗浄した後、送風または、自燃乾燥し、つぎのようにして分析試料を調整する。

- 1) 試料を直接ルツボに入れ分析する場合は、試料質量をはかり、直接ルツボに入れ助燃剤を加えて測定を行なう。
- 2) 金属はくで包む場合は、試料質量をはかった後、すず、銅、鉄、白金などの金属はくで包み、ルツボに入れ助燃剤を加えて測定する。

---

注1 供試体とは、溶融金属から採取した凝固試料および加工試料の塊、板、はく、棒、管、線および粉末などをいう。

注2 分析試料とは、供試体から適当な工作機械、工具を用いて分取調整したものをいう。

## 8. 標準試料

本装置の調整には、電気回路の調整のほかに標準試料や校正試料による調整が必要である。

これに使用される標準試料および校正試料は、Leco社から供給されている。

標準試料は、直径4mm、長さ10mmの円柱状のスティールで、表面は酸化防止のためニッケル鍍金が施されている。1ヶの重量は1.0gに調整されており、1個1gとしての炭素含有率で炭素の値が標示されている。

本試料はLeco社で製造され、その標示値は、西独製B. A. M標準試料を用いて正確に調整した炭素分析装置Leco IR-12により分析を行なって決定している。

炭素の含有率の異なる標準試料が用意されているが、試料番号は同じでも製造ロットによって含有量が異なるので使用時には、試料ビンのラベルに記載されている値を確認することが必要である。

これらの試料を表-1に示す。

その他の標準試料としては、米国NBS製、西独製および、(財)鉄鋼協会製などのものがあるが、試料調整にあたっては、7で述べた注意に従う必要がある。

Leco社製校正試料を表-2に示す。これら校正試料は、装置の校正用として用いられ、標準試料を用いて校正された装置が、その後変化しているかどうかをチェックする場合などに有効である。

## 9. 参考データ

本装置の主要機構の特性，空試験値および標準試料分析成績などを調べるため実験を行なった。その結果を以下に述べる。

### 9.1 測定校正機構特性

本装置は，測定校正機構（キャリブレーションダイヤル）が設けられており，標準試料を分析して，そのときの表示値を標示値と一致させるように測定校正機構で調節して，装置を正しく調整することが必要である。

標準試料を測定するさい，測定校正機構の調節値をいろいろ変えて，DVMの表示値がどのように変化するかを調べ，測定校正の調整作業のときの参考データを得ることを試みた。

#### 1. LOW RANGE 測定校正機構特性

##### 1) 実験条件

使用標準試料 : JSS 206, 440 ppm C

空試験値補正ダイヤル位置 : 0

測定校正ダイヤル変更範囲 : 0 ~ 10.00

##### 2) 結果

図-19に示す。

測定校正ダイヤル設定値に対してDVMの表示値は比例関係にあることがわかる。

DVM表示値を10 ppm変化させるためには，測定校正ダイヤル設定値を0.575移動させればよい。また，DVMが標準試料標示値を正しく表示するためには，測定校正ダイヤルを3.200に設定すればよいことがわかる。

#### 2. HIGH RANGE 測定校正機構特性

##### 1) 実験条件

使用標準試料 : Leco 501-607 1.050 ± 0.012 % C

1.050 ± 0.012 % C

空試験値補正ダイヤル位置 : 0

測定校正ダイヤル変更範囲 : 0 ~ 10.00

##### 2) 結果

図-20に示す。

測定校正ダイヤル設定値に対して，DVMの表示値は比例関係にあることがわかる。

DVMの表示値を0.1パーセント変化させるためには，測定校正ダイヤル設定値を0.240移動させればよい。また，DVMが標準試料標示値を正しく表示するためには，測定校正ダイヤルを3.150に設定すればよいことがわかる。



## 9.2 空試験値補正機構特性

炭素の空試験値（銅助燃剤1スコープを含めて）は、表-3に示すとおり通常8~12ppmと比較的高く、LOW RANGEでは、測定値に与える影響が大きい。

実分析において得られた測定値から、この値をその都度差し引くのは煩わしいので本装置には、空試験値を自動的に測定値から差し引く機構が組み込まれている。

この空試験値補正機構のダイヤル設定値と空試験値補正量との関係を調べた。

### 1) 実験条件

使用測定レンジ : LOW RANGE

測定較正機構ダイヤル位置 : 3.200

空試験値補正ダイヤル変更範囲 : 0~10.00

### 2) 結果

図-21に示す。

ダイヤル設定の変化によりDVMの表示値は直線的に変化することがわかる。

空試験値1ppmを差し引くためには、空試験値補正ダイヤルを0.127目盛移動させればよいことがわかった。

## 9.3 試料重量補正機構特性

本装置へ投入する試料重量は、基本的には1グラムが標準となっており、この場合DVMで表示される値は、直接パーセント（HIGH RANGE）または、ppm（LOW RANGE）を表示するようになっている。

しかし、金属試料の場合は、一定重量の分析試料を切り出すことは非常に難しく、個々の試料重量はそれぞれ異なったものになり、分析の都度、手計算でDVM表示値を補正しなければならない。

そこで試料重量補正機構が設けられ、試料重量がHIGH RANGEの場合は0.4~1.099g、LOW RANGEの場合は0.9~1.199gの範囲内なら、その試料重量を重量補正ダイヤルで設定、入力してやれば、電氣的補正回路が働き、DVM表示値は、正しくパーセントまたは、ppmを表示するようになっている。

この重量補正機構の特性を調べるため実験を行なった。

試料重量を変えるのは難しいので、一定重量の試料を用いて重量補正ダイヤル値を変更して試験した。

### 1) 実験条件

使用標準試料 : HIGH RANGE

Leco 501-607 1.050 ± 0.012% C

1.050 ± 0.012% C

LOW RANGE

日本鉄鋼協会標準試料 201-1

540 ppmC

装置の調整 : Leco 標準試料による測定較正機構の調整実施

空試験値補正機構 : 作 動

重量補正ダイヤル変更範囲 : HIGH RANGE 0.4 ~ 1.0 g

LOW RANGE 0.9 ~ 1.199 g

## 2) 結 果

表-4にLOW RANGEの場合を、表-5にHIGH RANGEの場合を示す。

重量補正機構ダイヤルを低く設定した場合は、それだけDVMの表示値は高く表示されその逆の場合は低く表示されることがわかる。

表示値と実際試料の採取量、補正ダイヤルの関係から含有量を求めると表のとおり、標準試料の標示値とよく一致する結果を得ていることがわかる。

実験範囲内では、重量補正機構ダイヤル設定値により分析値が低値、あるいは高値を示す傾向はみられず、問題ないことがわかった。

## 9.4 再現性試験

ナトリウム中材料試験等で、通常よく分析が行なわれる濃度レンジの標準試料を用いて、本装置の繰り返し分析精度を求めた。

## 1) 実験条件

使用標準試料 : HIGH RANGE

Leco 501-607 1.050 ± 0.012 % C

LOW RANGE

Leco 501-601 344 ± 19 ppm C

Leco 501-604 623 ± 20 ppm C

JSS 201-1 540 ppmC および

JSS 206-1 490 ppmC

装置調整 : Leco 標準試料による測定較正機構の調整を実施

空試験値補正機構 : 作 動

## 2) 結 果

測定結果を表-6に示す。

HIGH RANGE, LOW RANGEとも標準試料の標示値とよく一致した結果を得ており、繰り返し分析精度も標示値に示された誤差範囲内に入っていることがわかる。

これから適正な装置の調整を行えば、試料の測定範囲にもよるが、変動係数で±5%以内の分析が可能と考えられる。

## 10. あとがき

Leco IR-12 型、炭素分析装置は非常に使い易く設計、製作されており、試料を装置に入れば分析値がデジタルで表示される。このためややもすると、本装置を使用する場合は、分析の技術は必要でないと考えられがちである。

しかしながら、この見方は誤りであり、この装置を使用して分析するときは、装置の原理を十分に理解し、試料の前処理、装置の調整などを、分析しようとする試料に応じて最適の状態で行なわなければ、正確な値を得ることは困難である。

この操作法は、装置の原理や機能を平易に述べ、また、装置の操作手順も順を追って記述し実際に使用する者の手引きとなるように配慮した。

使用者は、本マニュアルを座右とし、実際の操作を本マニュアルに従って体得し、本装置の機能を十分に発揮していただければ幸せである。

## 11. 参 考 文 献

- 1) Instruction Manual for Leco IR-12 Automatic Carbon Determinator. Model 762-500.
- 2) Instruction Manual for INDUCTION FURNACE. Model 763-100, 200.
- 3) 金属材料の酸素定量方法通則. JIS Z2613-1976
- 4) 金属材料の水素定量方法通則. JIS Z2613-1976

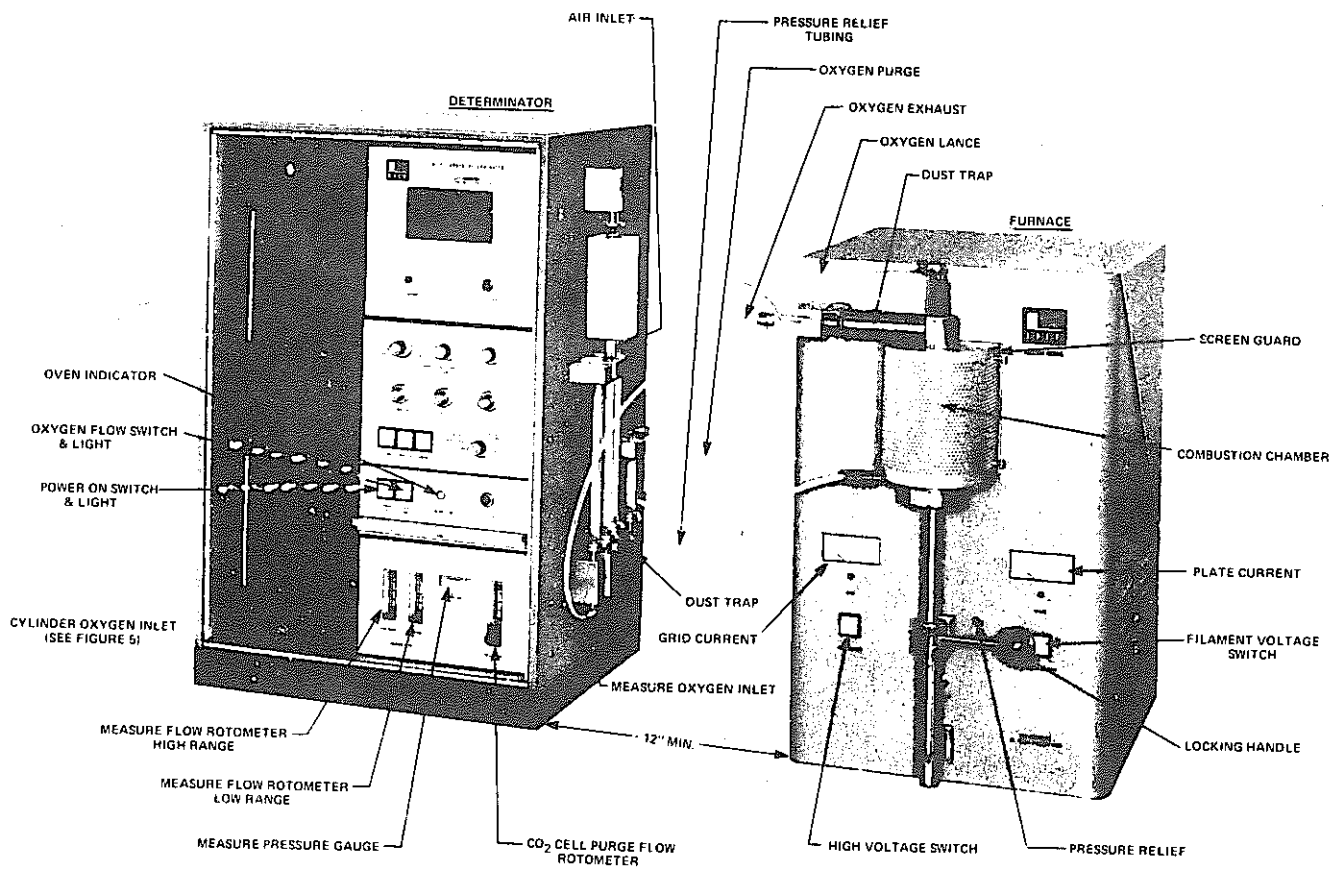


图-1 装置前面配置

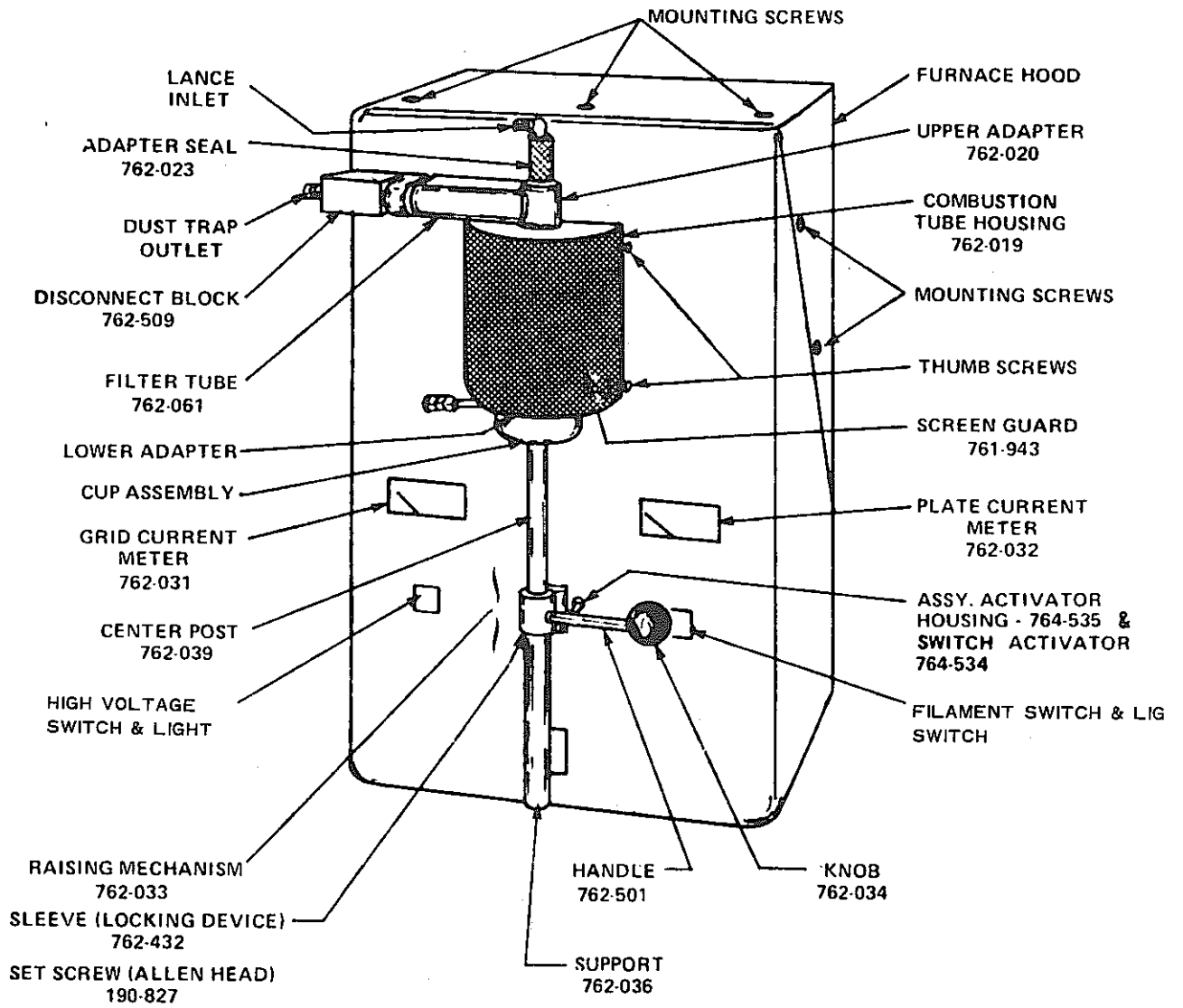


图-2 高周波誘導加熱装置

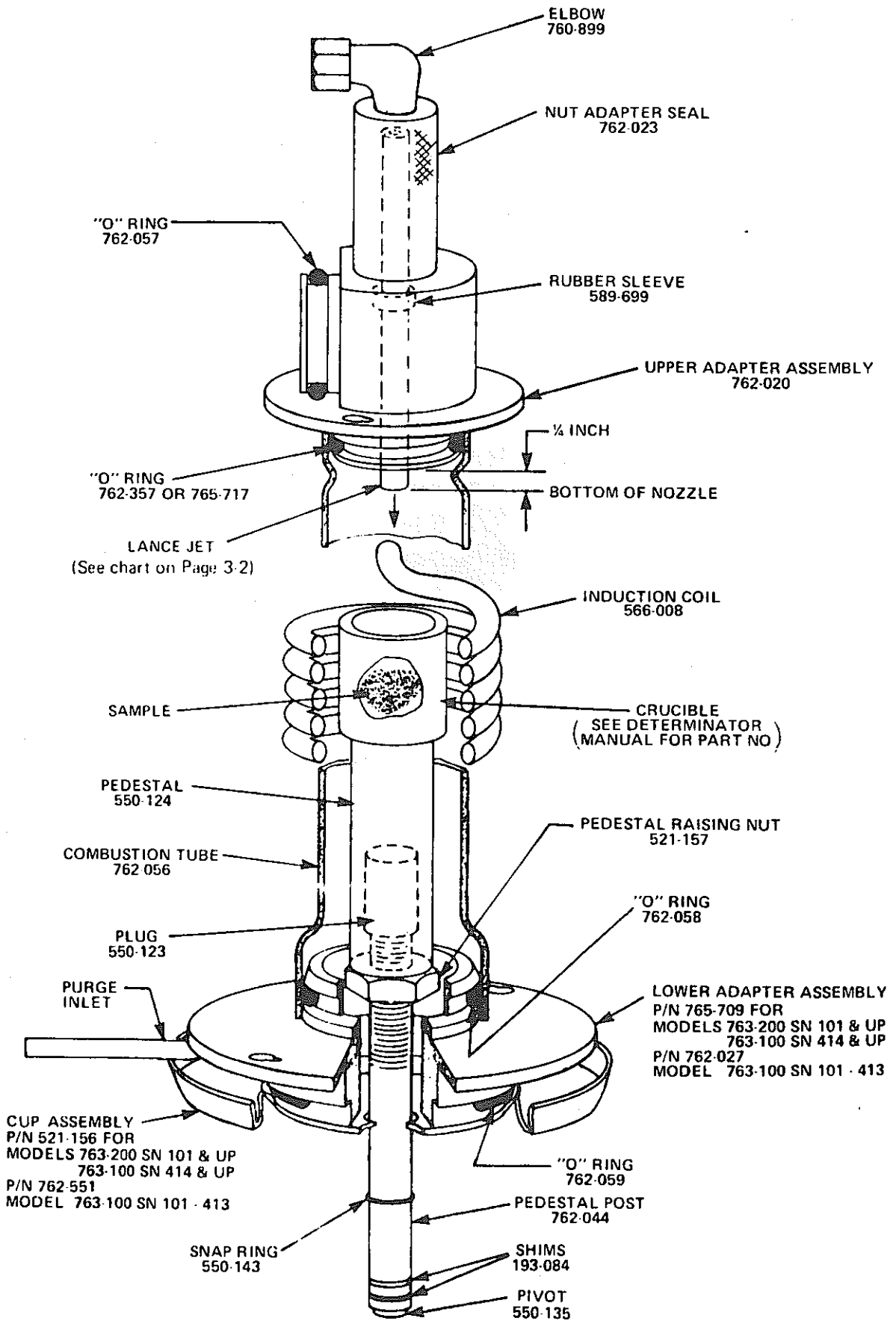


图-3 高周波誘導加熱炉

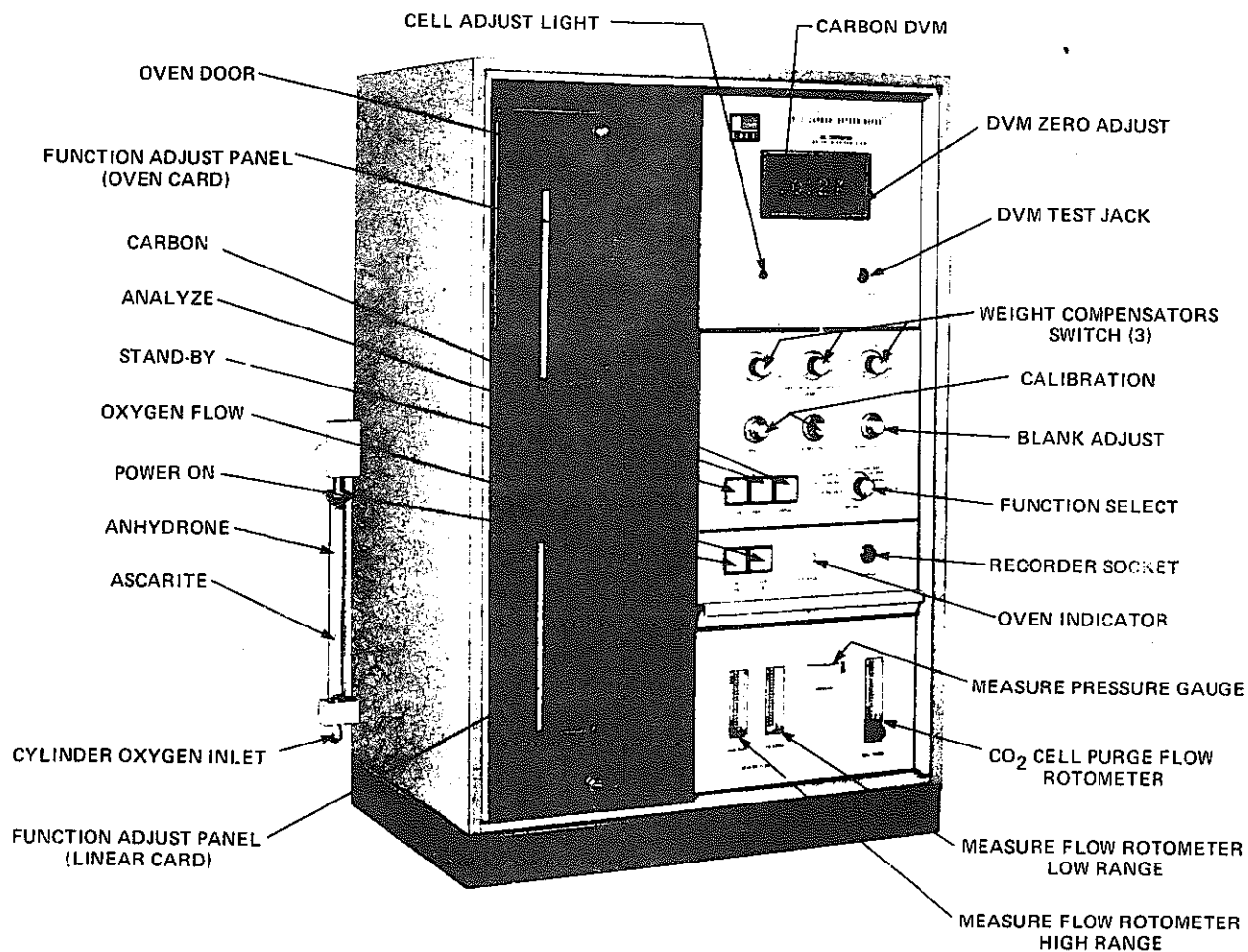


图-4 测定装置



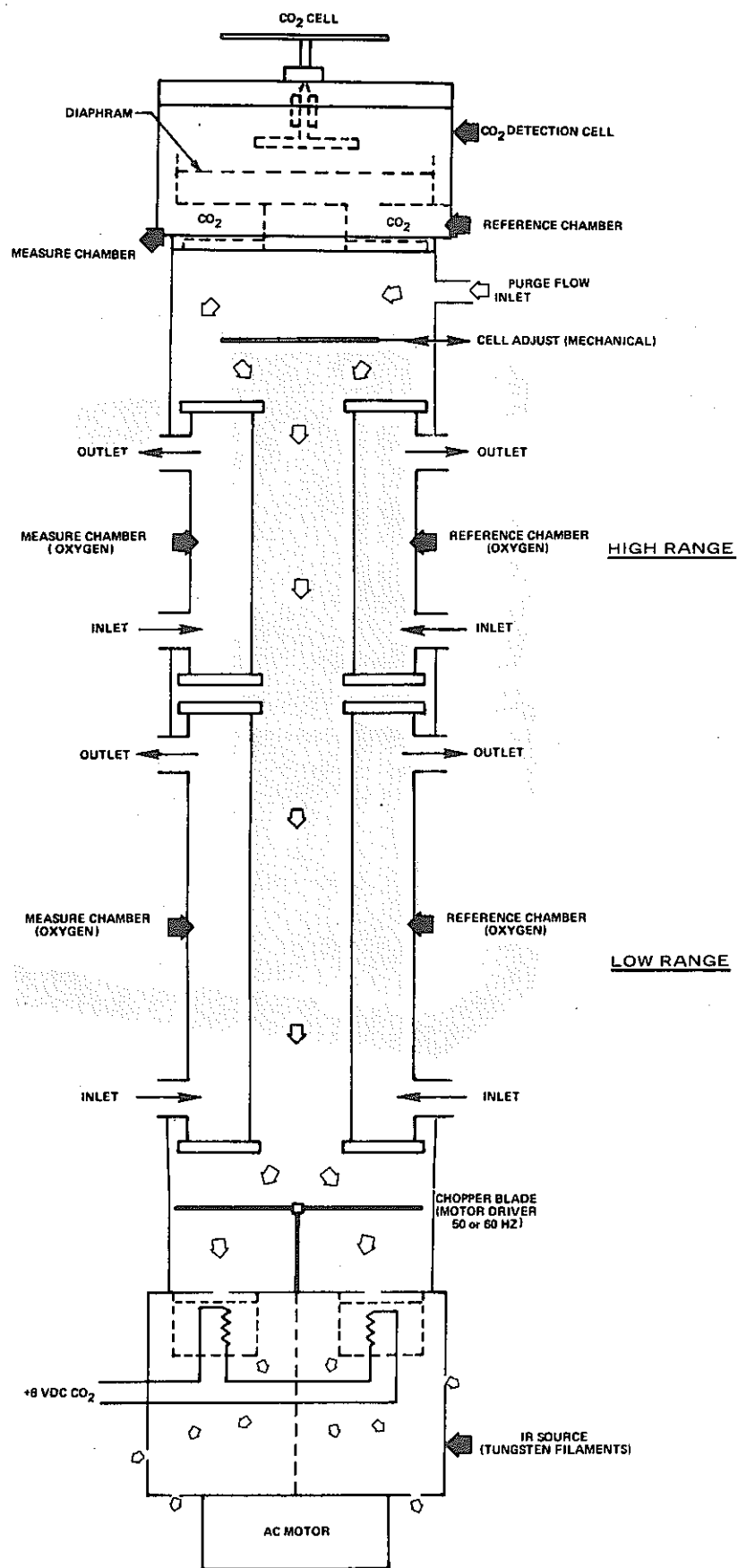


图-5 赤外吸收檢出器

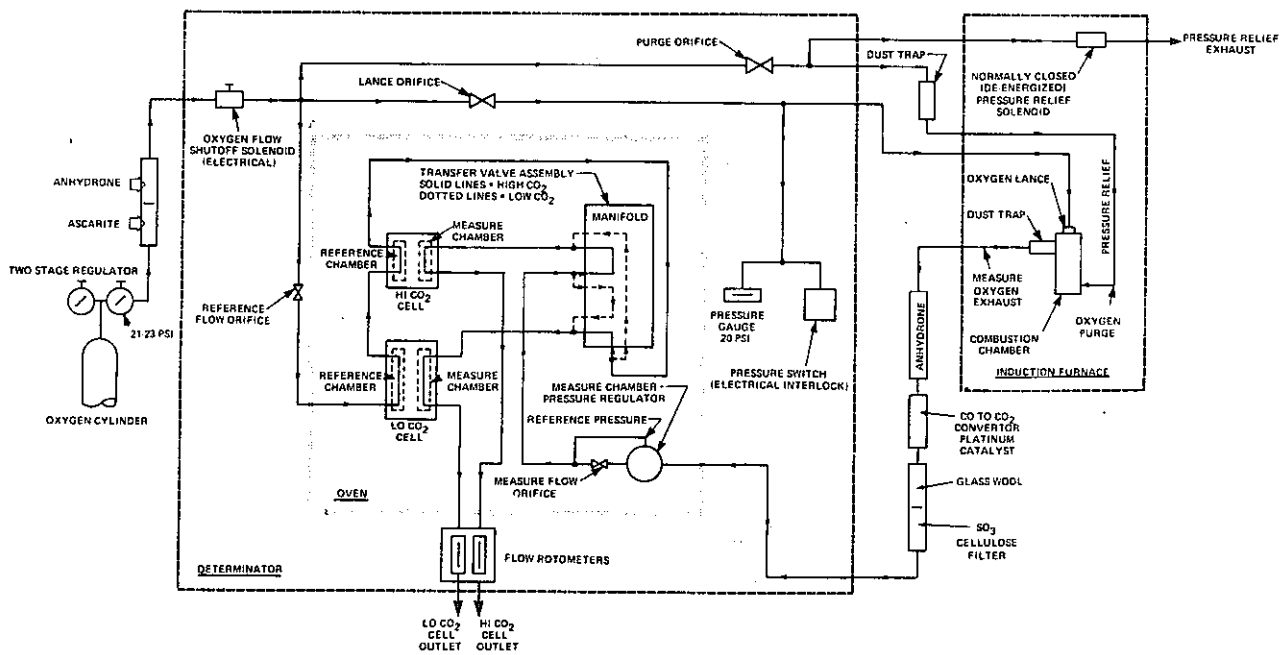


図-6 酸素ガス流路

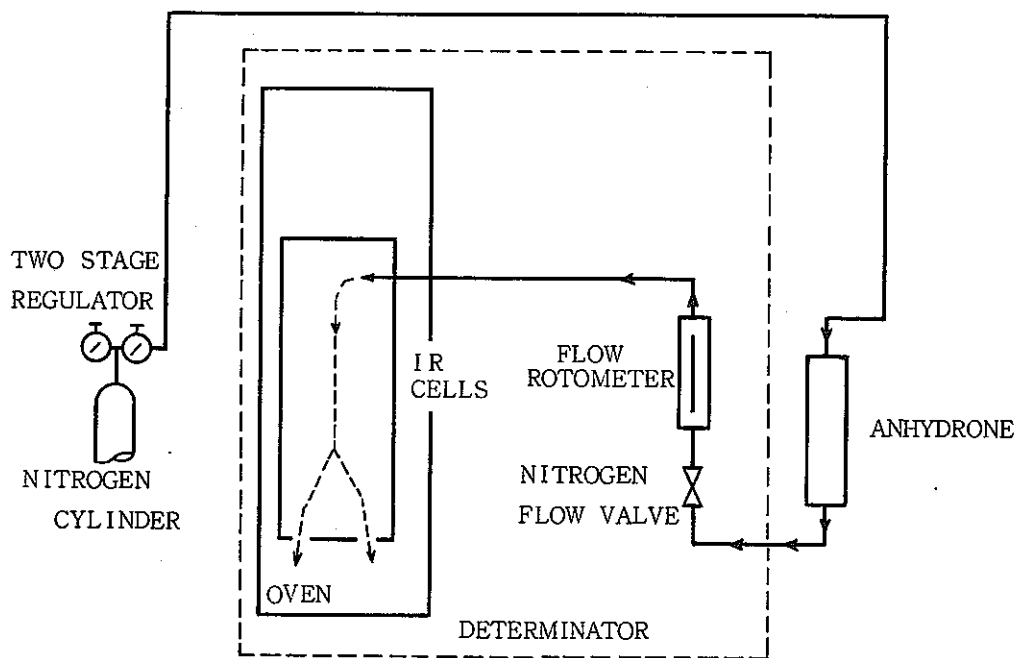


図-7 セル雰囲気ガス流路

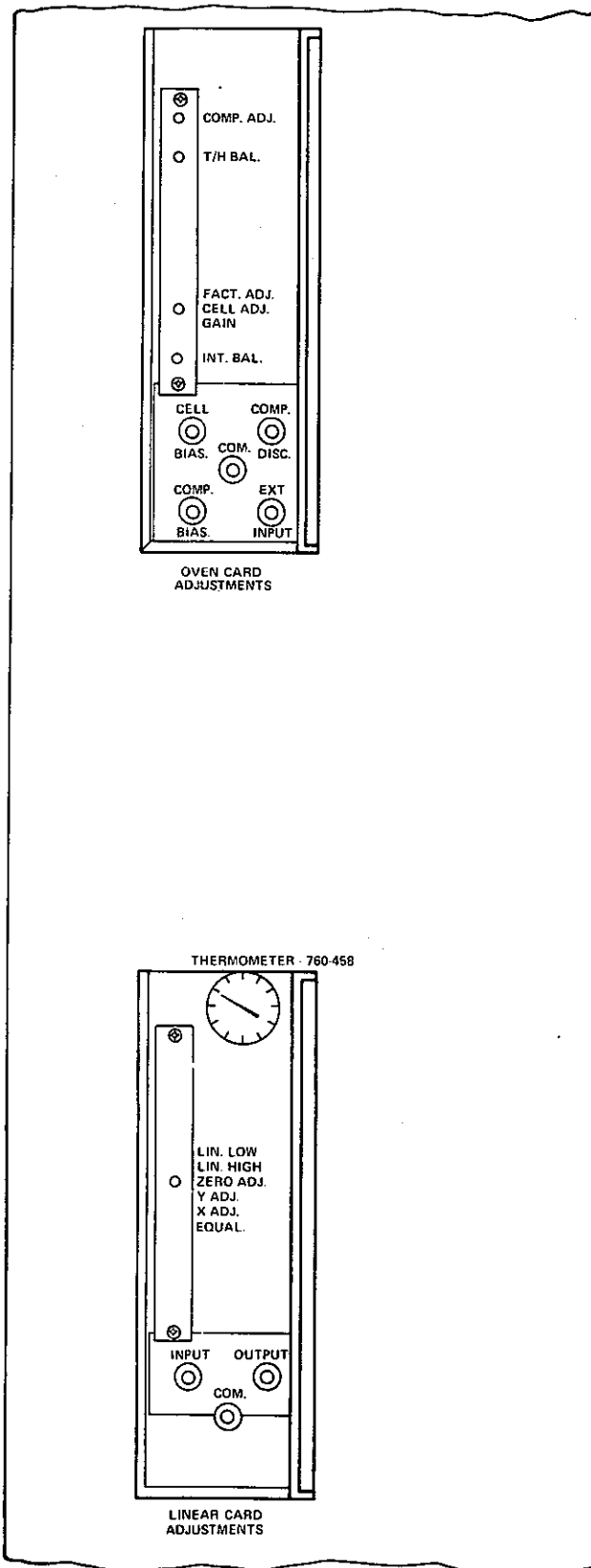


図-8 ファンクション調整パネル

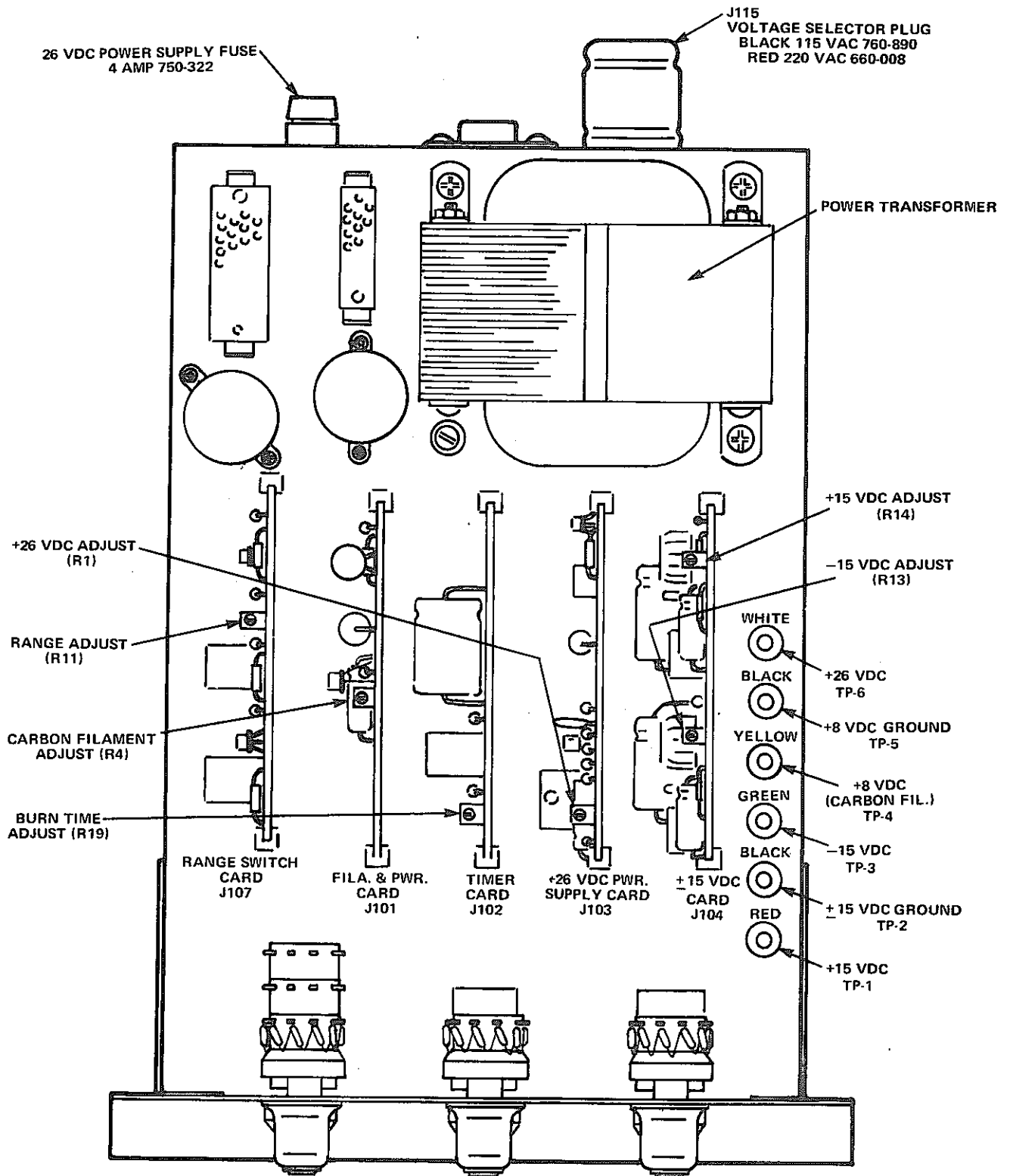


図-9 エレクトロニクスドロー

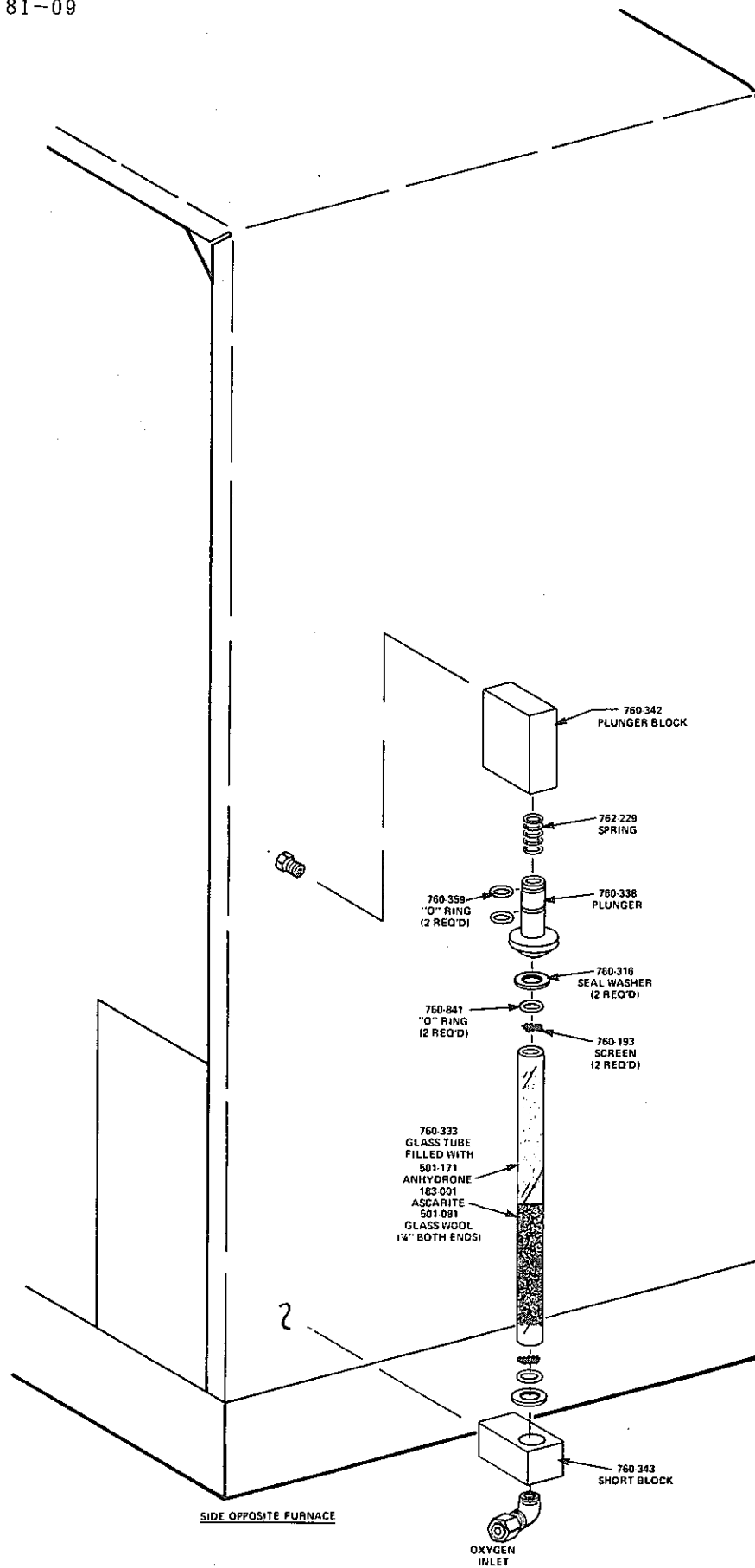


图-10 测定装置左侧面

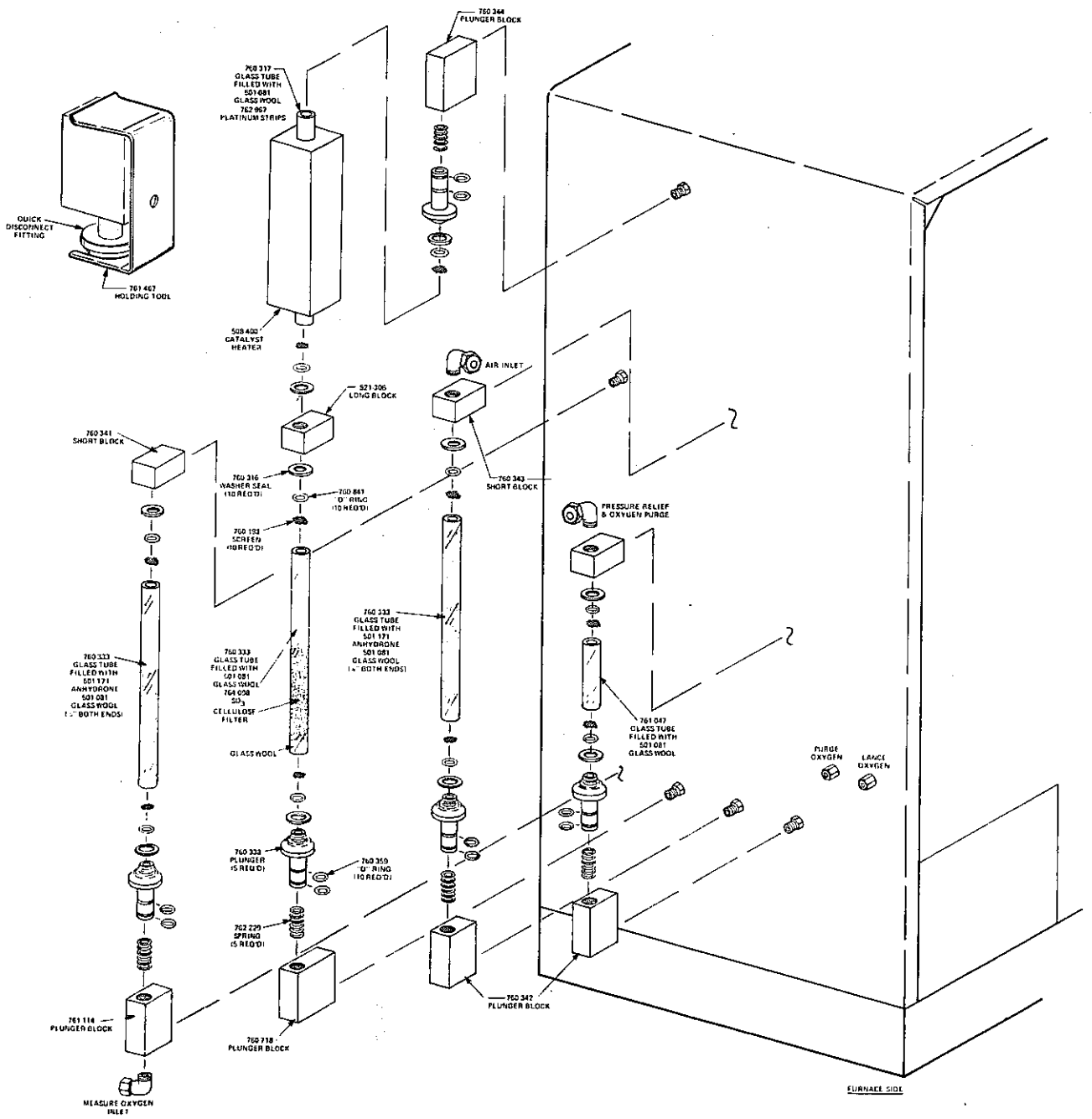


图-11 测定装置右侧面

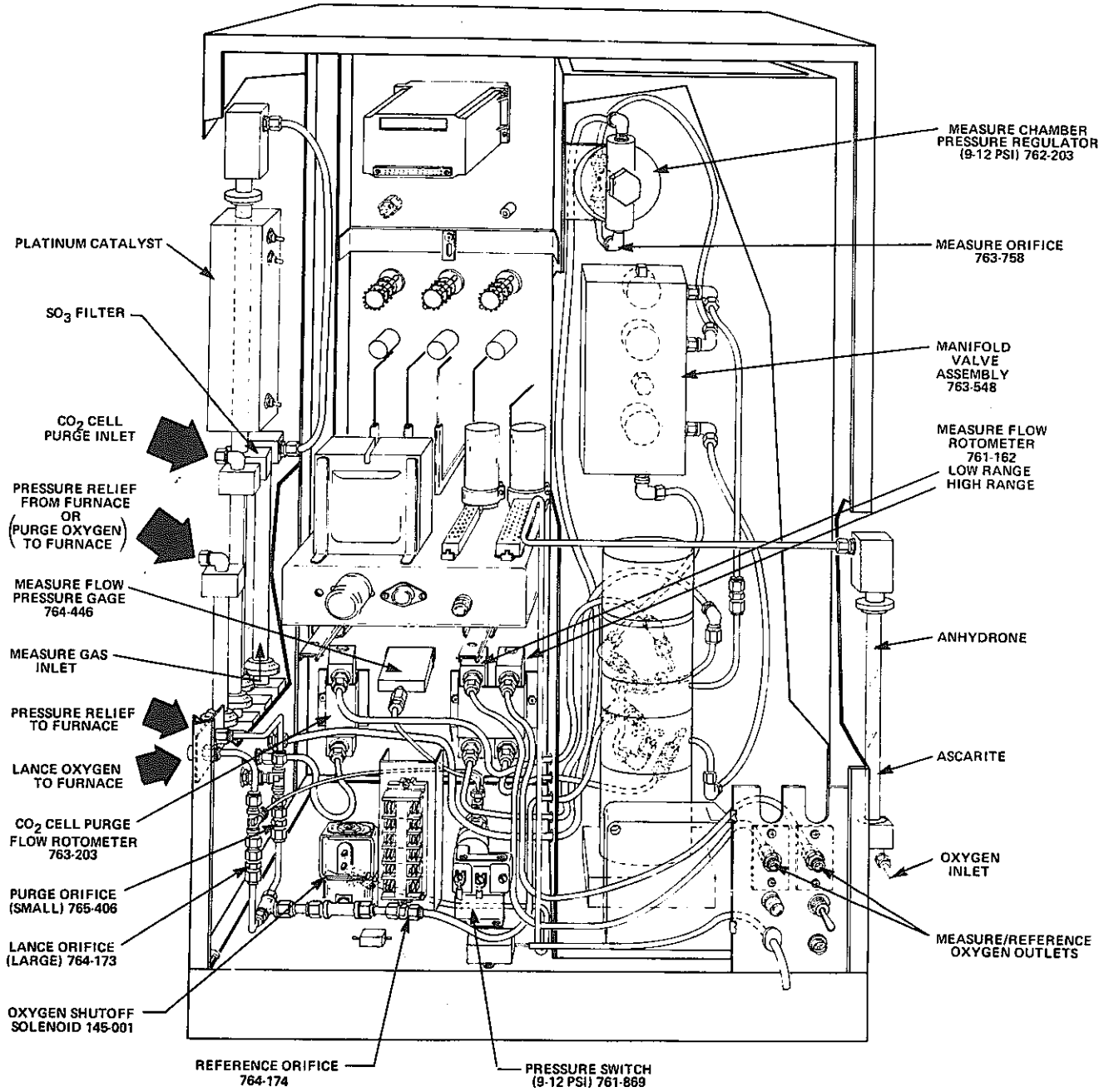


图-12 测定装置裏面



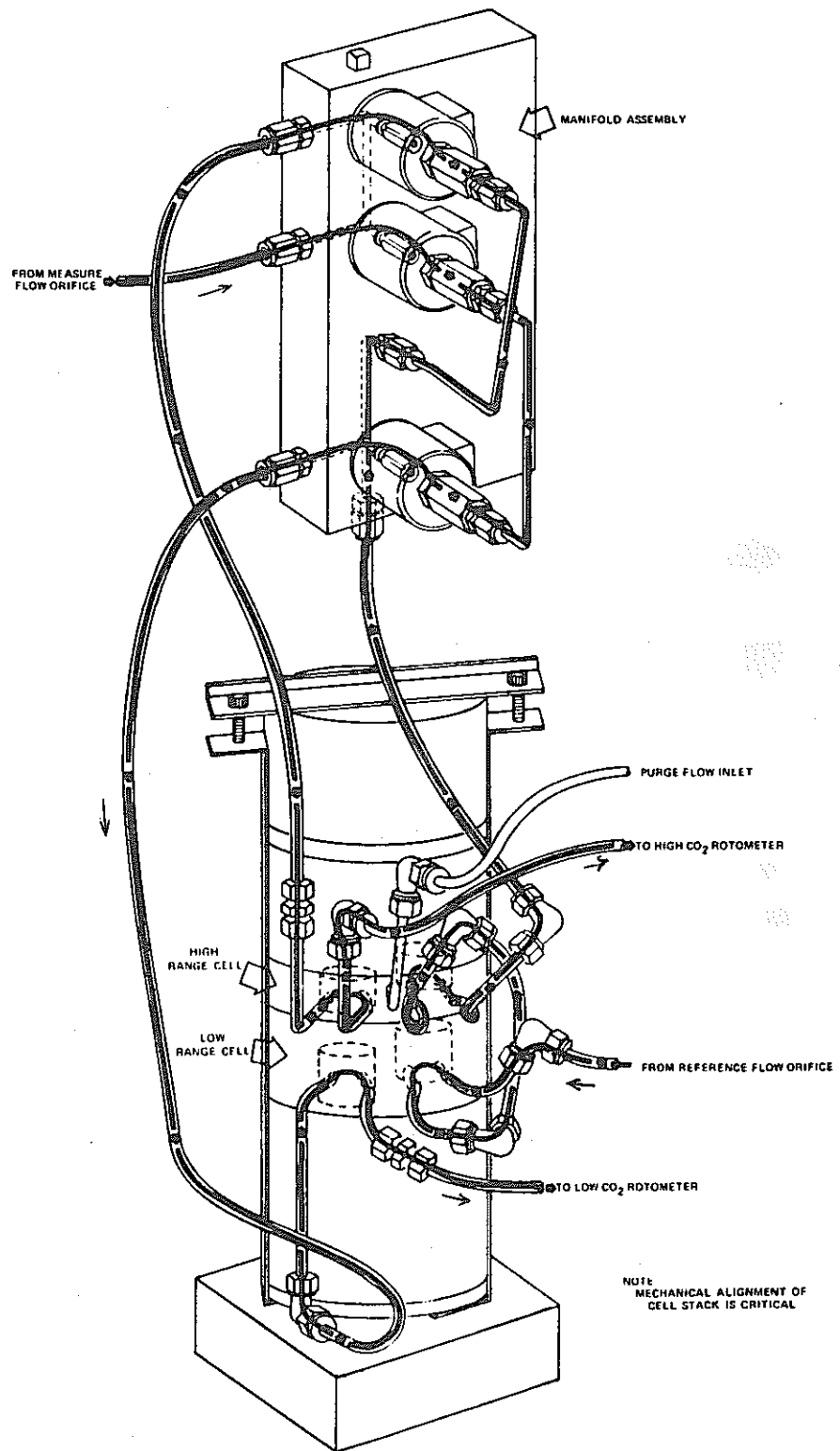


図-13 ガスフローダイヤグラム  
(低濃度測定時)

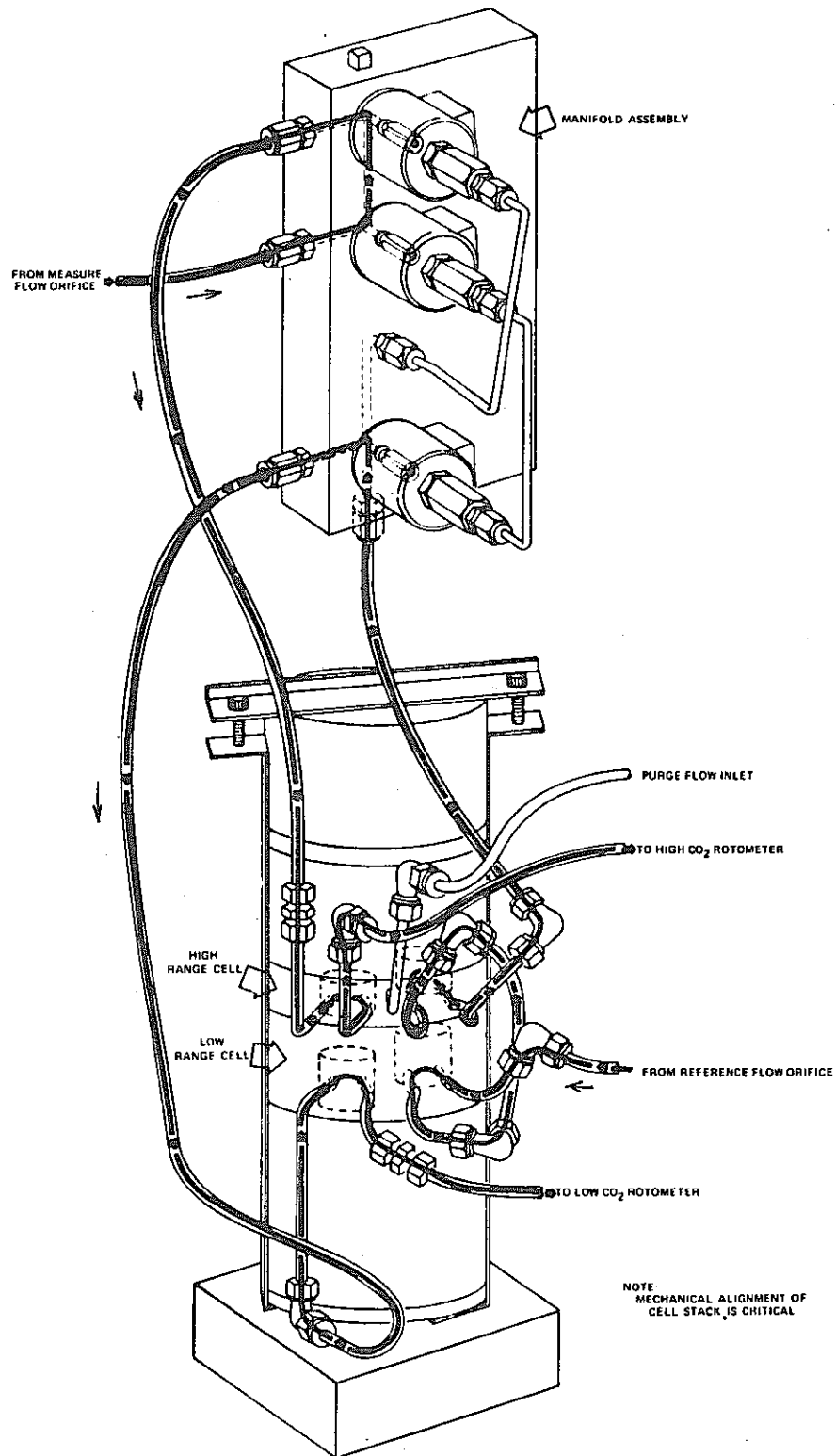


図-14 ガスフローダイヤグラム  
(高濃度測定時)

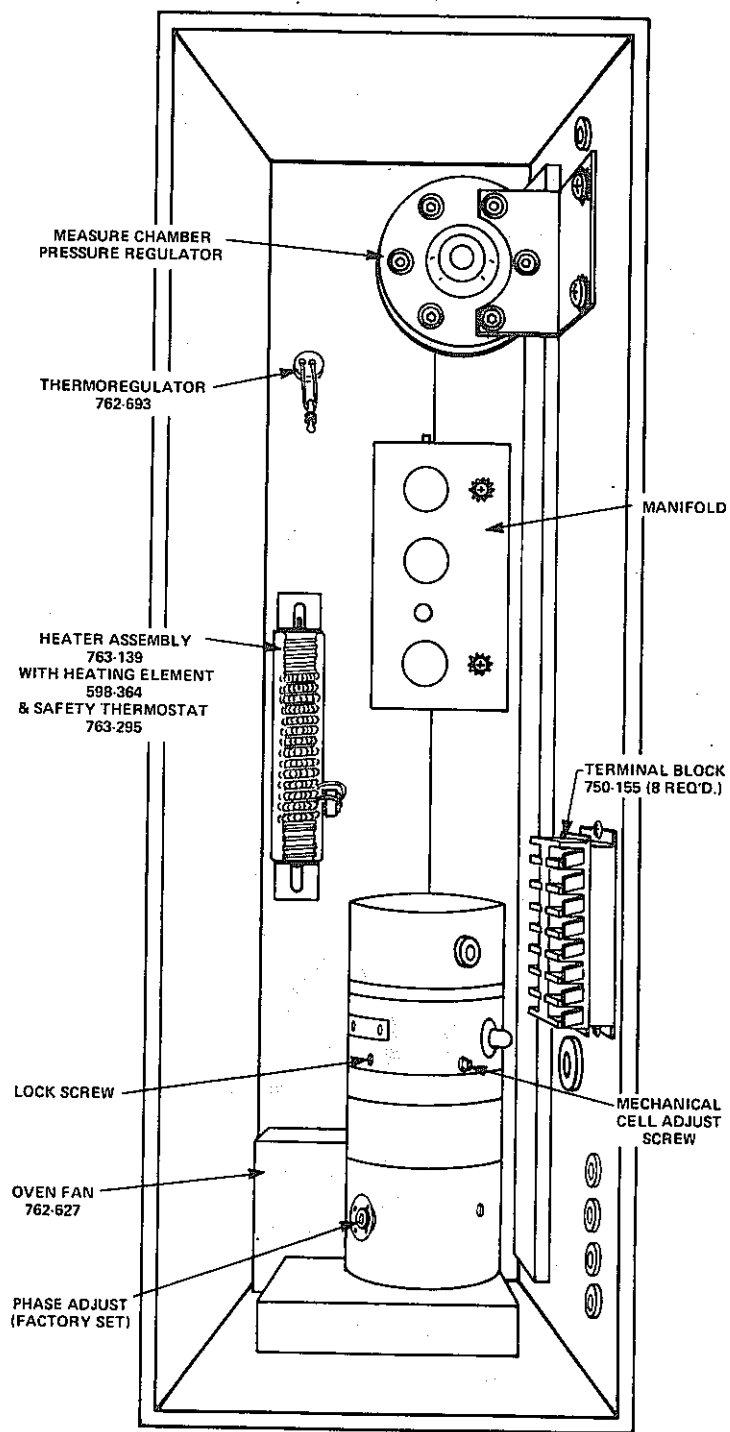


図-15 赤外セルオーブン内部

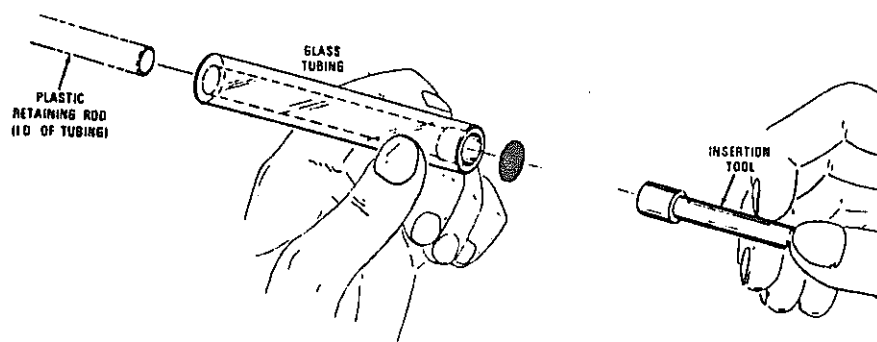


図-16 メタルスクリーン取付図

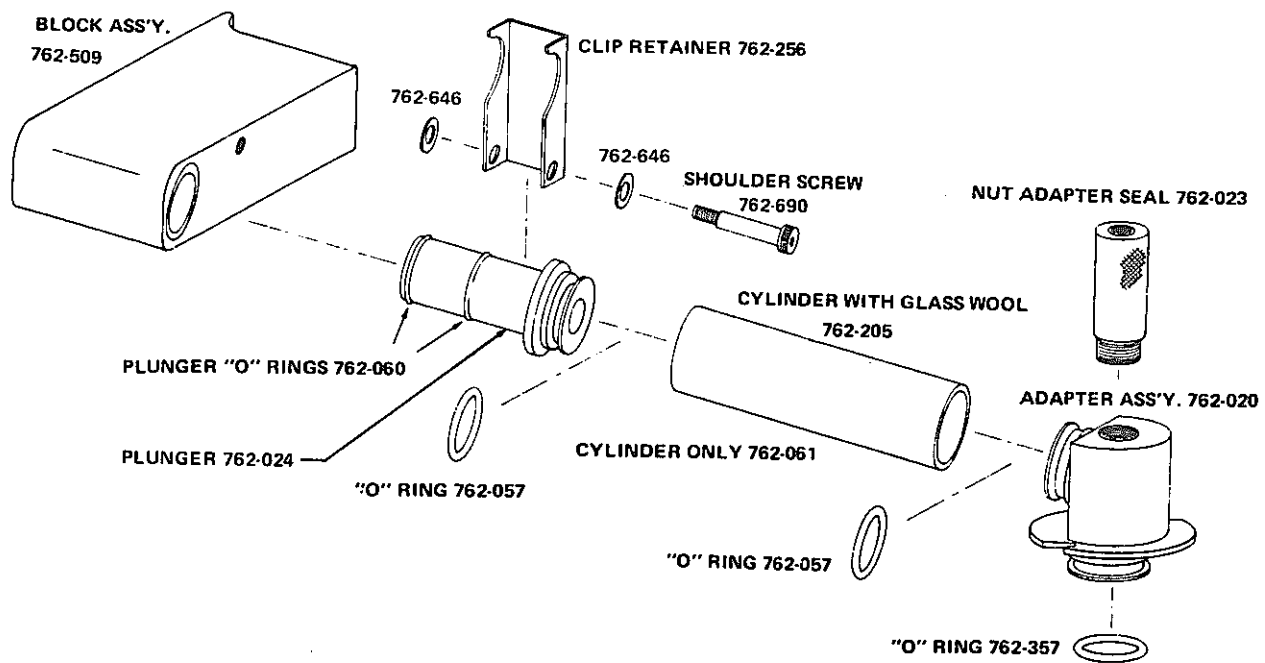


図-17 ダストトラップ組立図

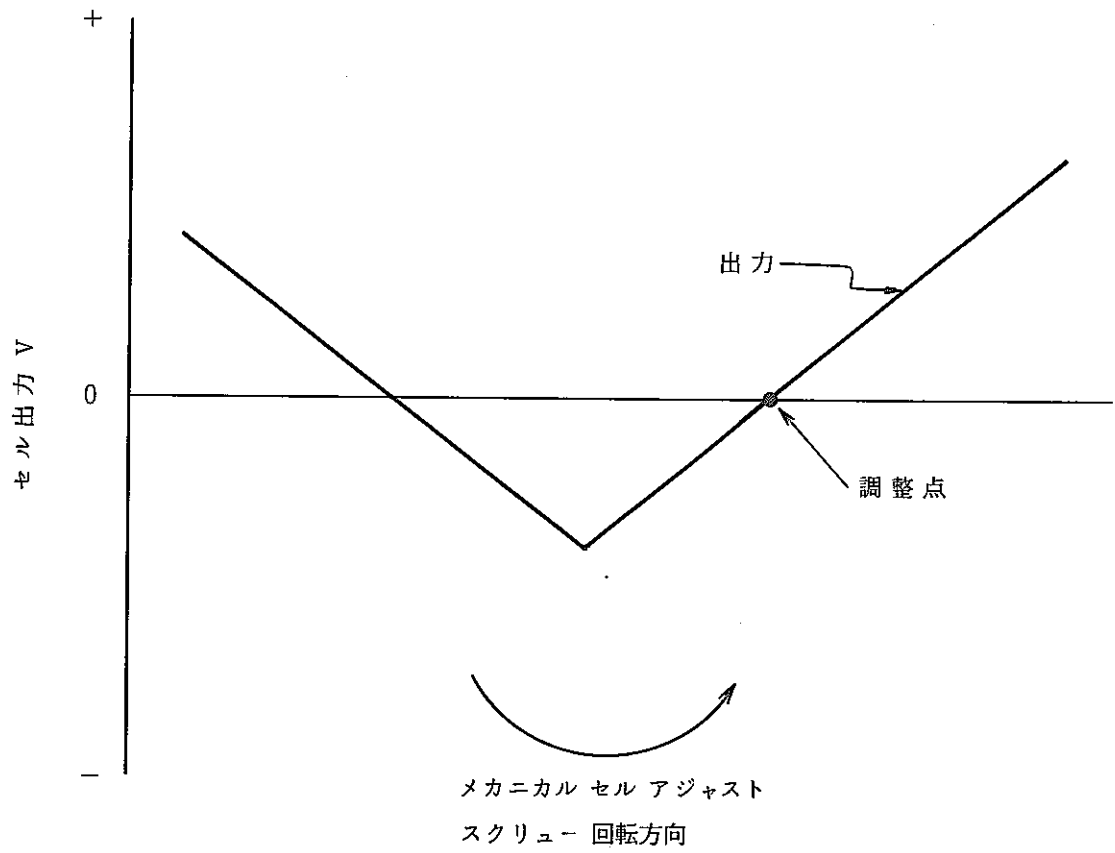


図-18 セル調整曲線

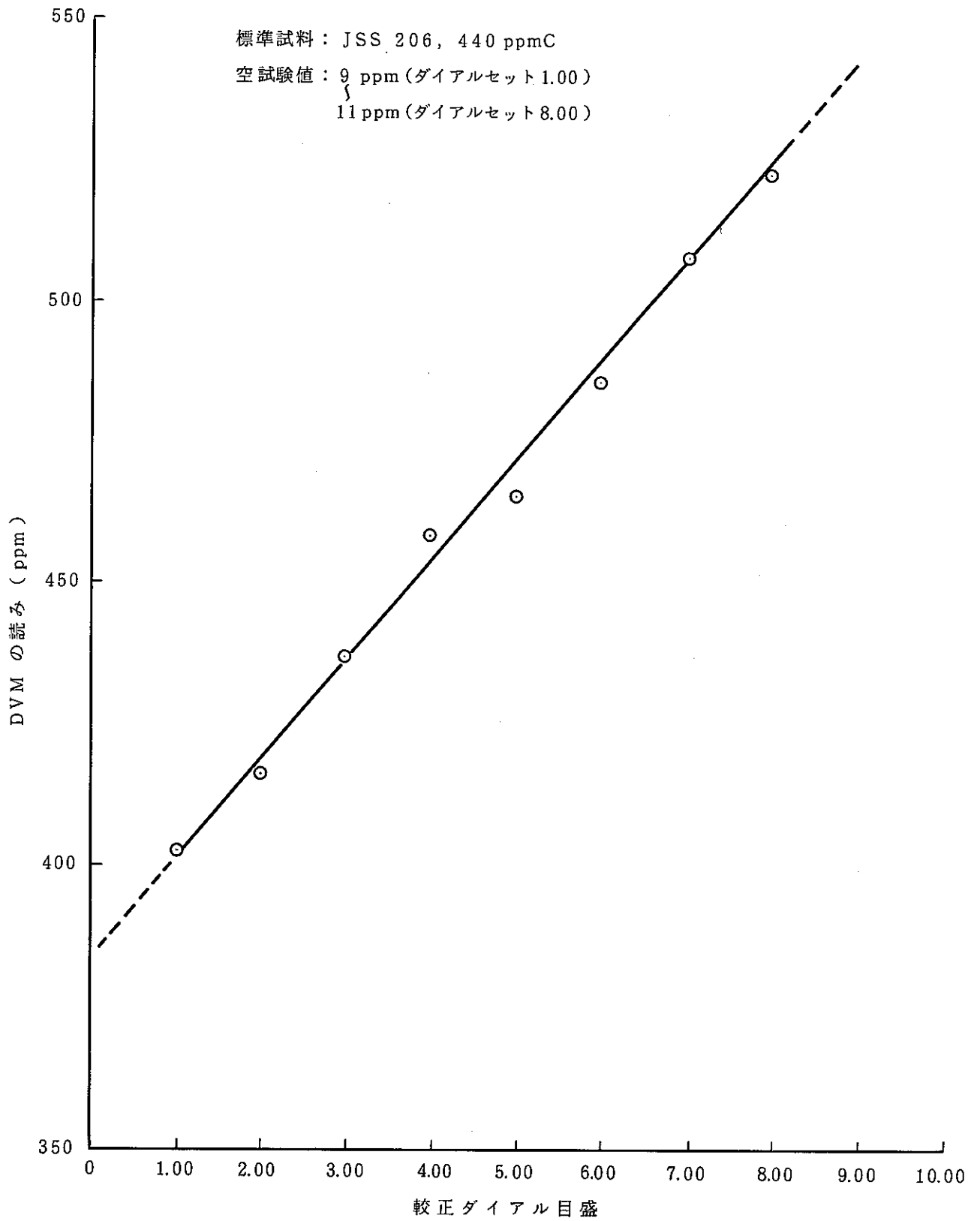


図-19 校正機構特性 (LOW RANGE)

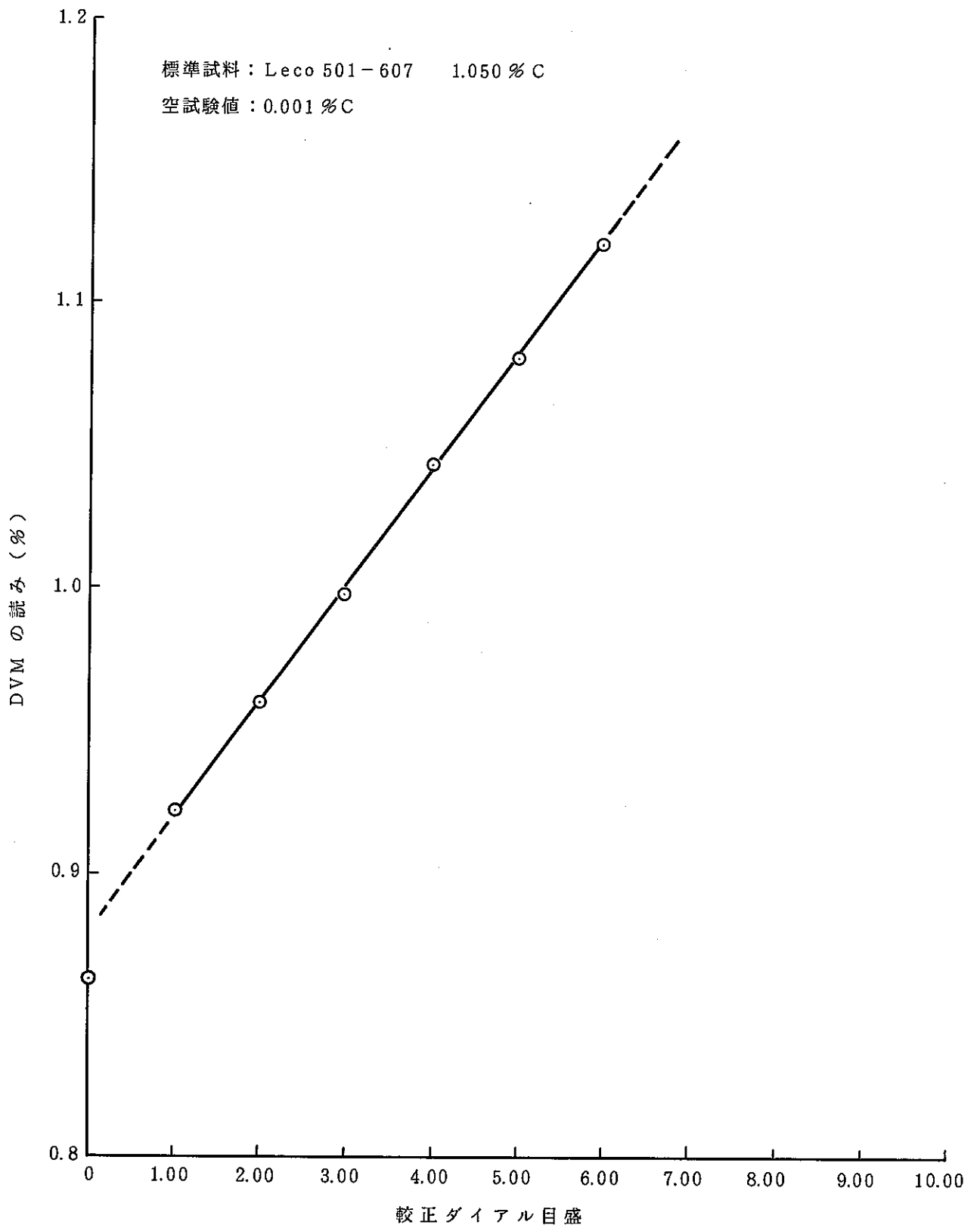


図-20 校正機構特性 (HIGH RANGE)

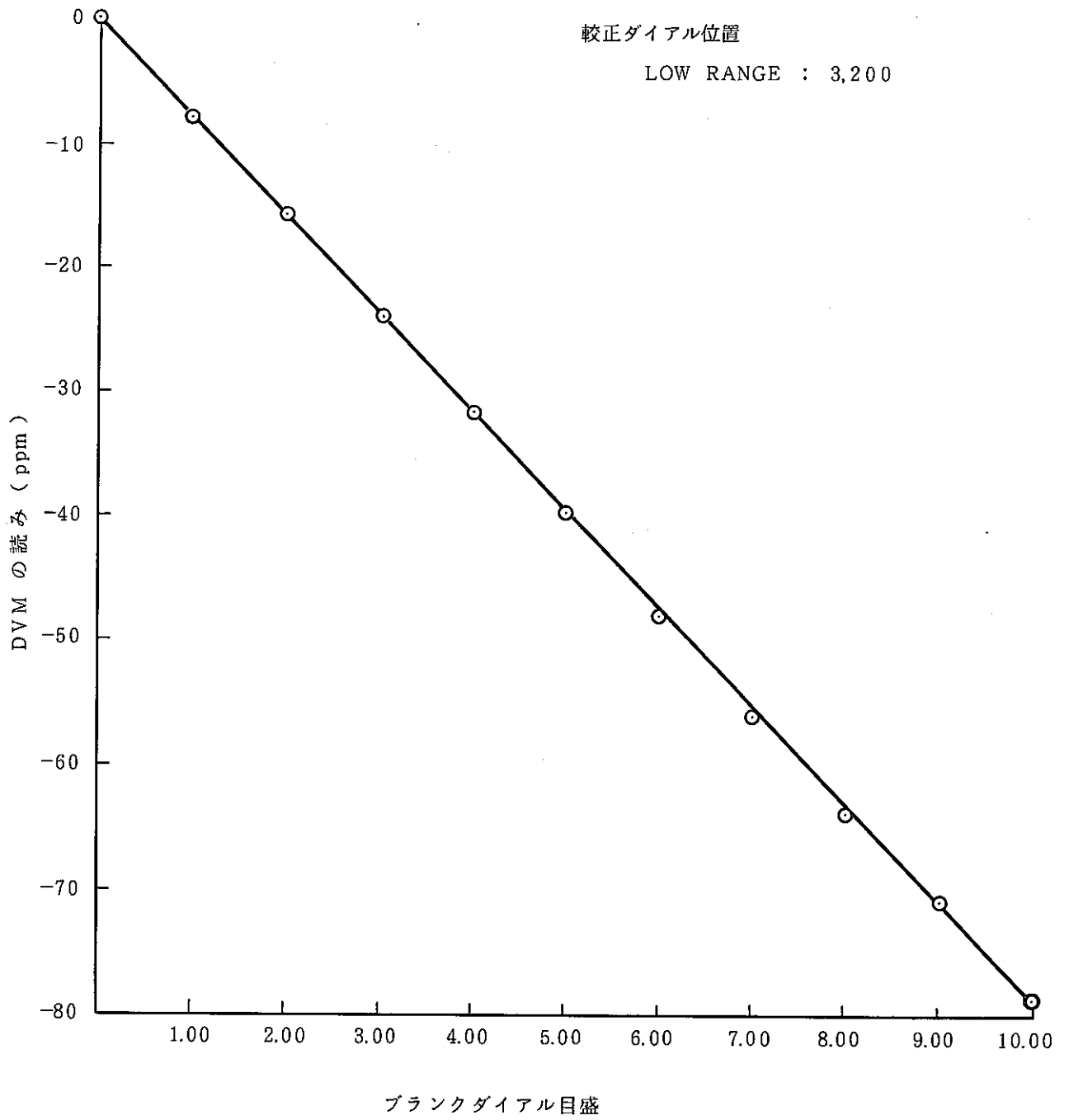


図 - 21 空試験値補正機構特性



表-1 標準試料

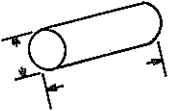
供給元	試料番号	ロット番号	1個の重量 (g)	炭素標示値 (%)	形状
Leco 社	501-144	103	1.0	0.144 ± 0.006	 ピン 4φ×10mm
	501-675	102	"	0.076 ± 0.002	
		102	"	0.078 ± 0.002	
		103	"	0.078 ± 0.003	
		104	"	0.078 ± 0.004	
	501-676	103	"	0.144 ± 0.005	
		104-2	"	0.141 ± 0.006	
	501-677	100	"	0.425 ± 0.005	
	501-678	102	"	0.549 ± 0.008	
	501-679	104	"	0.897 ± 0.008	
106-1		"	0.927 ± 0.006		
日本鉄鋼協会 (JSS)	200-6	-	-	0.008	チップ
	201-1	-	-	0.054	
	201-6	-	-	0.049	

表 - 2 Leco 較 正 試 料

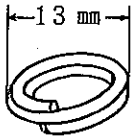
供給元	試料番号	ロット番号	1個の重量 (g)	炭素標示値 (%)	形 状
Leco 社	501-501	105-9	1.0	0.0273 ± 0.0012	 <p>1 mmφの針金を外径 13 mmのリング状にし てある。</p>
		106-7		0.0249 ± 0.0006	
		113-4		0.0224 ± 0.0019	
	501-502	24-17	"	0.051 ± 0.004	
	501-503	24-17	"	0.176 ± 0.003	
	501-504	105-1	"	0.400 ± 0.006	
	501-505	17-2	"	0.672 ± 0.007	
	501-506	28-3	"	0.907 ± 0.010	
501-509	100	"	0.051 ± 0.002		

表-3 空試験値測定結果

測定条件	測定値 (ppm)	平均値 (ppm)	標準偏差 (ppm)
ルツボ + 銅助燃剤 1スコップ	9, 8, 8, 10, 10, 11, 9, 12, 9, 10	9.6	1.3

表-4 重量補正機構チェック (LOW RANGE)

試料名	重量(g) (a)	重量補正 ダイヤル(b)	DVM値 (c)	含有率 (ppm) (d)	平均値 (ppm)	誤差 (%)
JSS 201-1 (0.054%)	1.00	0.900	557	501	513	-5
	"	"	563	507		
	"	"	582	524		
	"	"	574	517		
	"	"	573	516		
	"	1.000	511	511	526	-3
	"	"	532	532		
	"	"	526	526		
	"	"	517	517		
	"	"	542	542		
	"	1.199	428	513	517	-4
	"	"	433	519		
	"	"	428	509		
	"	"	437	524		
	"	"	432	518		

$$d = C \times \frac{b}{a}$$

表-5 重量補正機構チェック (HIGH RANGE)

試料名	重量 (g) (a)	重量補正 ダイヤル (b)	DVM値 (c)	含有率 (%) (d)	平均値 (%)	誤差 (%)
Leco 501-607 (1.050 ±0.012%)	1.00	1.000	1.030	1.030	1.043	-0.7
	"	"	1.048	1.048		
	"	"	1.045	1.045		
	"	"	1.047	1.047		
	"	"	1.043	1.043		
	"	0.700	1.487	1.041	1.038	-1.1
	"	"	1.484	1.039		
	"	"	1.477	1.034		
	"	"	1.466	1.026		
	"	"	1.500	1.050		
	"	0.400	1.868	1.056	1.048	-0.2
	"	"	1.795	1.026		
	"	"	1.849	1.057		
	"	"	1.850	1.057		
	"	"	1.825	1.043		

$$d = C \times \frac{b}{a}$$

表 - 6 再現性試験結果

測定レンジ	LOW				HIGH
試料名	Leco 501-601	Leco 501-604	JSS 201-1	JSS 206-1	Leco 501-607
標示値 (%)	0.0344 ±0.0019	0.0623 ±0.0020	0.054	0.049	1.050 ±0.012
分析値 (%)	0.0355	0.0615	0.0511	0.0497	1.039
	0.0368	0.0614	0.0532	0.0492	1.029
	0.0358	0.0643	0.0526	0.0475	1.046
	0.0350	0.0622	0.0517	0.0488	1.029
	0.0369	0.0612	0.0542	0.0481	1.028
	0.0323	0.0638	0.0543	0.0493	1.030
	0.0344	0.0638	0.0546	0.0486	1.048
	0.0355	0.0616	0.0542	0.0507	1.045
	0.0327	0.0622	0.0540	0.0518	1.047
	0.0318	0.0601	0.0537	0.0503	1.043
平均値 (%)	0.0347	0.0622	0.0534	0.0494	1.038
標準偏差 (%)	0.0018	0.0014	0.0012	0.0013	0.008