

836 シリーズ酸素・窒素・水素分析装置ではキャリアガスのヘリウムをアルゴンに変更することが可能です。この資料ではキャリアガスの変更手順と、いくつかの測定事例をご紹介します。

* 対応していないモデルがございます。LECO ジャパンまでお問い合わせください。

【アルゴンキャリアに変更する際の注意点】

・アルゴンキャリアでは窒素分析について感度、精度ともにヘリウムキャリアよりも悪くなる傾向があります。熱伝導度検出器の特性から、ヘリウム中での窒素分析では熱伝導度に差があるのに対し、アルゴン中での窒素分析は熱伝導度が近くなるため感度が得られづらくなるためです。酸素、水素については検出器の原理的には大きな差は出ないと思われま

す。アルゴンキャリアではヘリウムキャリアと同じ出力で分析するとルツボ内の温度が高くなるのが分かっているため、ヘリウムの時と同等の温度を掛けるには出力を 600~1000W 低く設定する必要があります。予めアルゴンガス用の分析条件を作り選択できるようにしておきます。

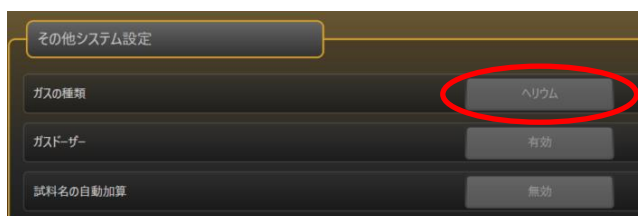
・アルゴン中ではルツボからのダストがより多く発生されるため、ヘリウムの時よりも頻繁な清掃、フィルター類の交換が必要になります。

【キャリアガス変更手順】

1. アルゴンガス(純度 99.999 %以上)、アルゴンガス用二段圧力調整器(ヘリウム用とは異なります)、ガス配管を用意し、装置入力圧が 0.15MPa になるように調整して装置背面の「CARRIER GAS IN」に接続します。リークがないことを確認し、元栓を開けます。



2. Cornerstone ソフトウェアで「装置」-「システム」で「その他システム設定」の[キャリアガス]をヘリウムからアルゴンに変更します。左上の「保存」ボタンで設定を保存します。





3. ソフトウェア下部のガスステートボタンでキャリアガスをオンにします。



ガスオンで「診断」-「アンビエント」で「TC 信号」に、何らかの値が出力されていることを確認します。値がずっとゼロのまま変動が見られない場合は、「装置」-「検出器」が「N2」のタブを開き、「ブリッジオフセット」の「自動設定」ボタンをタップします。再度「診断」-「アンビエント」の「TC 信号」で、値が出ていることを確認します。




4. 装置内安定化のため 50 分程度この状態で待ちます。直前までヘリウムで装置が動いていた装置でアルゴンへの切り替えを急がれる場合、レコソープ/アンハイドロン試薬管の中身を新しいものに入れ替えると待機時間を 10 分程度短縮できます。

5. リークチェックを行います。「診断」-「リークチェック」-システムリークチェック「開始」またはソフトウェア下部の「リークチェックボタン」をタップしリークチェックが行われます。

続いて「診断」-「システムチェック」からシステムチェックの開始ボタンをタップします。

どちらも問題ないことを確認します。メンテナンスが必要な場合は行います。

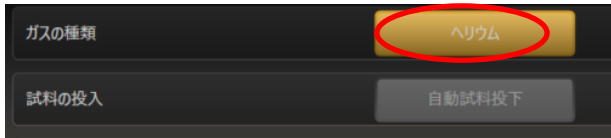
6. アルゴン用の分析条件を作成します。「設定」-「分析条件」で条件の一覧を開き、ヘリウムで使用し

ていてアルゴン用に変更したい条件を選び、クローンボタン  を押してコピーを作成します。

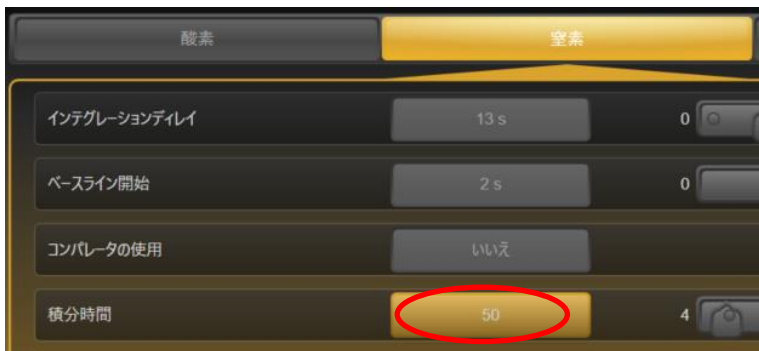
条件は「(コピー元の条件名) コピー」という名前で作成されます。

7. コピーの条件を編集ボタンで開きます。分析条件の名前をアルゴン用と分かるように入力します（例:「Steel Argon」など）。

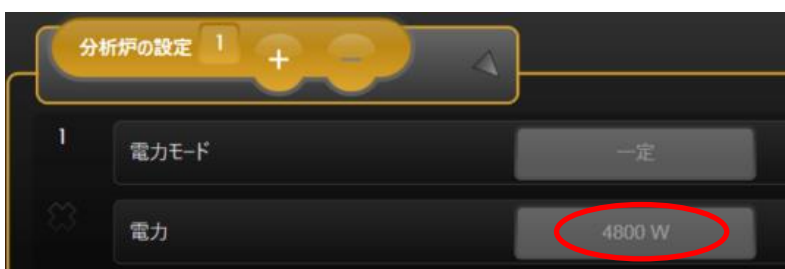
「一般パラメータ」を開き、「ガスの種類」をヘリウムからアルゴンに変更し「保存」ボタンで保存します。



8. 「元素パラメータ」を開き、「窒素」タブの「積分時間」を現在の設定から 15 秒程度長くします。（例:ヘリウムで 50 秒設定→ アルゴンで 65 秒）ピークの出方は実際に分析しピークを見てから微調整が必要なこともあるので、目安としてください。酸素、水素については積分時間はほぼ変更なしですが、ピークの出方が少し変わることもあるのでピークを見て調整してください。「保存」ボタンで保存します。



9. 「炉パラメータ」を開き「アウトガスパラメータ」の電力、「分析炉の設定」の電力をそれぞれ 600～1000W 下げます。電流制御の場合は 100～160A 程度下げて設定します。「保存」ボタンで保存します。



各パラメータの設定が終わったら「保存」ボタンで分析条件全体を保存します。

10. 「分析」タブで試し分析の試料をログインします。「分析条件」をタップし、下に表示される一覧から作成したアルゴン用の条件を選んで「入力」をタップします。



11. 捨て試料などで数回分析し、ピークの位置や試料の熔融状態について確認します。必要に応じて積分時間や炉の出力を微調整します。

12. ブランク、キャリブレーションを行い試料の分析を始めます。

13. アルゴンではダストが多く発生するため、ヘリウム使用時よりもこまめに清掃が必要になり、フィルター類の交換も頻繁になります。ダスト発生については使用する条件や試料により異なるので様子を見ながらメンテナンスを行ってください。

酸素の低濃度(数十 ppm 以下)の測定をされる場合、パージガスのリストリクターを変更する必要がある場合があります。詳細は LECO ジャパンまでお問い合わせください。

【分析事例】

鉄鋼試料での分析事例を紹介します。

分析条件

使用装置	LECO 社製 ONH836 型 酸素・窒素・水素分析装置		
分析元素	酸素 窒素		
分析法	酸素:不活性ガス融解-赤外線吸収法 窒素:不活性ガス融解-熱伝導度法		
分析時間	約 4 分		
キャリアガス	ヘリウム アルゴン		
試料	各種鉄鋼標準物質		
フラックス	鉄鋼標準:なし		
ルツボ	ON、N 測定:標準ルツボ (P/N 776-247) O 測定:二重ルツボ(P/N 775-431,775-433)		
分析パラメータ	分析ガス	ヘリウム	アルゴン
	分析モード	自動	
	炉制御モード	電力	
	アウトガス	5500W, 15 秒×2	5000W, 15 秒×2
	分析時電力	4800W (O 測定 4500W)	4200W (O 測定 4000W)
	アナリシスディレイ	50 秒	
	インテグレーションディレイ	酸素 0 秒 窒素 15 秒	
	積分時間	酸素 40 秒 窒素 55 秒	酸素 50 秒 窒素 70 秒
	コンパレーターの使用	なし	
	エンドライン	あり 2 秒	

* 炉出力、積分時間は装置によって微調整が必要な場合があります。

分析例

酸素

試料名	酸素 (wt %)	
	ヘリウム	アルゴン
YY-001-114-003 (O:0.115 %)	0.1150	0.1156
	0.1160	0.1154
	0.1153	0.1149
	0.1165	0.1151
	0.1147	0.1150
	0.1155	0.1142
	0.1149	0.1151
	0.1151	0.1145
	0.1150	0.1155
	0.1157	0.1146
平均	0.1154	0.1150
標準偏差	0.0006	0.0005

酸素 つづき

試料名	酸素 (wt ppm)	
	ヘリウム	アルゴン
JSSGS-5c (O:0.0125 %)	125	126
	126	125
	124	125
平均	125	125
YY-001-118 (O:0.0032 %)	32.3	32.2
	31.9	32.3
	31.8	31.6
平均	32.0	32.0
JSS GS 6a (O:0.00034 %)	3.3	3.4
	3.5	3.4
	3.5	3.4
	3.3	3.3
	3.4	3.5
平均	3.4	3.4
標準偏差	0.09	0.06

(それぞれの保証値で標準化)

窒素

試料名	窒素 (wt %)	
	ヘリウム	アルゴン
502-494 (N:0.0482 %)		0.0484
	0.0484	0.0484
	0.0483	0.0482
	0.0479	0.0484
		0.0476
平均	0.0482	0.0482
標準偏差	0.0003	0.0003
JSS370-1 (N:0.417 %)	0.4171	0.4172
	0.4171	0.4173
	0.4168	0.4165
平均	0.4170	0.4170
JSS514-8* (N:0.0096 %)	0.0092	0.0094
	0.0093	0.0093
	0.0091	0.0094
平均	0.0092	0.0094
YY-001-116* (N:0.0018 %)	0.0015	0.0014
	0.0015	0.0015
	0.0015	0.0015
平均	0.0015	0.0015

(それぞれの保証値で標準化。*印はヘリウム、アルゴンそれぞれの JSS370-1 結果 で標準化)



酸素窒素

試料名	酸素 (wt ppm)		窒素 (wt ppm)	
	ヘリウム	アルゴン	ヘリウム	アルゴン
YY-001-119 (O:29ppm N:21ppm)	27.7	31.0	21.1	21.9
	31.6	33.7	21.7	21.3
	25.9	29.1	20.2	22.0
	33.9	28.3	21.7	20.6
	27.6	25.5	20.7	20.4
	29.3	28.5	21.3	21.7
	28.9	28.7	21.1	19.4
	27.0	27.5	20.2	20.3
平均	29.0	29.0	21.0	21.0
標準偏差	0.00026	0.00024	0.00006	0.00009

(それぞれの保証値で標準化)