

鉄鉄及び鋼の全自動分析システムの開発

石橋 耀一^{①*}， 吉岡 豊， 佐藤 重臣^{**}

(1988 年 6 月 18 日受理)

最近，鉄鋼製造工程では，省資源，省エネルギー，歩留まり向上，合理化によるコストダウンと製品の多様化，高級化，高付加価値化が指向されている．これらの製造工程の要請を受けて，製鉄所における分析部門では，新分析技術の開発や自動化の推進により対応を図っている．日本鋼管福山製鉄所では，鉄鋼製造工程の連続化，高速化に対応した XRF 分析法と発光分析法による鉄鉄，鋼の全自動分析システムを開発し，鉄鋼製造の操業管理のレベルアップと品質保証体制の確立を図り，同時に省力化が達成された．本報は，この鉄鉄，鋼の全自動化システムの開発と，自動化に伴う技術検討について述べたものである．主な測定対象元素は C，Si，Mn，P，S，Al である．

1 緒 言

最近，鉄鋼業をとりまく環境は，大きく変化し，製鉄所では，省資源，省エネルギー，歩留まり向上によるコストダウンと製品の多様化，高級化，高付加価値化が指向されるようになってきた．これらの製造工程の要請を受けて，製鉄所における分析部門においても，周辺環境や技術の変化を先取りした新技術の開発，新装置の開発，導入，自動化の推進などにより対応してきている¹⁾²⁾．日本鋼管福山製鉄所では，鉄鋼製造工程の連続化，高速化に対応した鉄鉄，鋼の全自動分析システムを開発し，鉄鋼製造の操業管理のレベルアップ及び品質保証体制の確立を図ると同時に省力化が達成された．

本報では，この鉄鉄，鋼の全自動化システムの開発と，自動化に伴う技術検討について述べる．

2 自動化システムの構成

本システムは，製鉄工場より発生する鉄鉄試料の試料調製から XRF 分析までの自動化と，製鋼工場より発生する鋼試料のサンプリング及び試料調製から発光分光分析までの自動化の二つに分けられる．

2.1 鉄鉄分析の自動化

試料調製から分析までの流れ図を Fig. 1 に示す．分

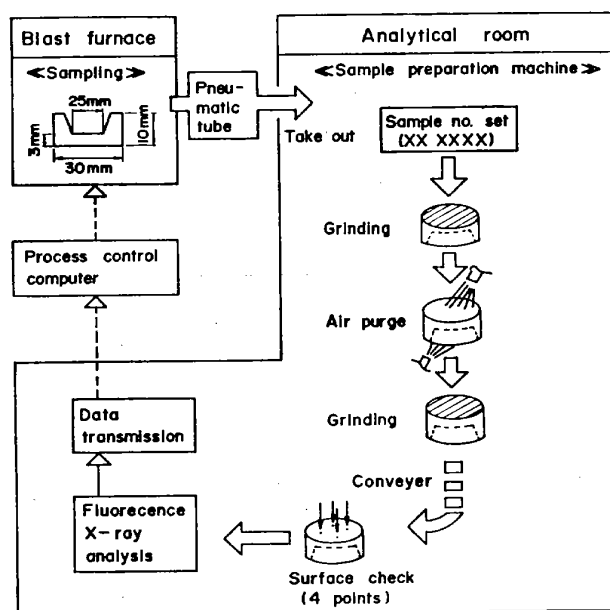


Fig. 1 Flow chart of pig-iron analysis system

析室に送られてきたカップ型鉄鉄試料は，オペレーターが試料前処理装置のターンテーブルにセットする．ターンテーブルには，最大 8 個までセットできる．試料番号設定盤より 6 けたの試料番号を入力し，スタートキーを押すと分析作業が開始する．試料は，磁石により所定の位置まで運ばれバイスにチャッキングされる．次にカップと石により分析面の酸化膜除去研磨を行う．その後，試料は -20°C の圧縮空気により冷却される．次に試料は，カップと石により分析面の仕上げ研磨が行われる．試料がターンテーブルにセットされてから仕上げ研

* 日本鋼管(株)中央研究所：210 神奈川県川崎市川崎区南渡田町 1-1

** 日本鋼管(株)福山製鉄所：720 広島県福山市鋼管町 1

磨終了までの所要時間は、約 90 秒である。次に試料は、試料前処理装置と XRF 分析装置を結ぶ試料搬送用コンベアー上に置かれる。コンベアーには、試料良否判定用のセンサーがセットされており、すべての試料がここを通過する。このセンサーは、分析面に紫外線を照射し、ピンホールなどがある場合は反射強度が変化するのでその反射強度で試料の良否判定を行う。この結果、良と判定された試料は、そのまま XRF 分析装置へ搬送され、不良と判定された試料は、排出シュートへ落とされる。試料がコンベアー上に乗ってから XRF 分析装置にセットされるまでの所要時間は、約 30 秒である。XRF 分析装置では、C, Si, Mn, P, S 及び Ti などの成分を分析する。分析値は、偏差チェック、上下限判定が行われ、外れた場合は分析が中断する。分析値がすべて規格値範囲内であれば、分析値は工場の上位計算機へ自動伝送される。試料前処理装置へ試料をセットしてから分析が終了するまでの所要時間は約 120 秒である。

2.2 鋼分析の自動化

2.2.1 鋼試料のサンプリング 鋼試料のサンプリングから気送までの流れ図を Fig. 2 に示す。製鋼工場の連続鋳造用タンディッシュより溶鋼を自動サンプラー

でサンプリングし、凝固した分析試料は、ハンドリングロボットにより切断機に装着され、試料上部にできたバリが切断と石により切断される。次に、試料はシュートを通り 10~20 °C に保持された水中に浸漬されて冷却され、次に切断時にできたかえり部がワイヤブラシで除去され、最後に刻印機により、試料番号が刻印される。サンプリング開始から刻印終了までの所要時間は、約 180 秒である。刻印後試料は、気送管で分析室まで送られる。なお、水冷から気送ステーション間の試料搬送はアーム式ロボットによっている。

2.2.2 試料調製及び分析³⁾ 分析室に送られてきた試料は、切断と石により試料の底部から約 25 mm の位置を切断して発光分光分析に用いる。更に、その上 3 mm の位置を切断して窒素分析に用いる。試料が切断機に装着されてから、分析装置のターンテーブルに置かれるまでの所要時間は、約 70 秒である。又、試料がターンテーブルに置かれてから発光分光分析完了までの所要時間は、約 70 秒である。一方、薄片に切断された窒素分析用の試料は打ち抜きプレス機に装着され 4 個の試料に打ち抜かれる。試料が切断機に装着されてから打ち抜き完了までの所要時間は、約 80 秒である。

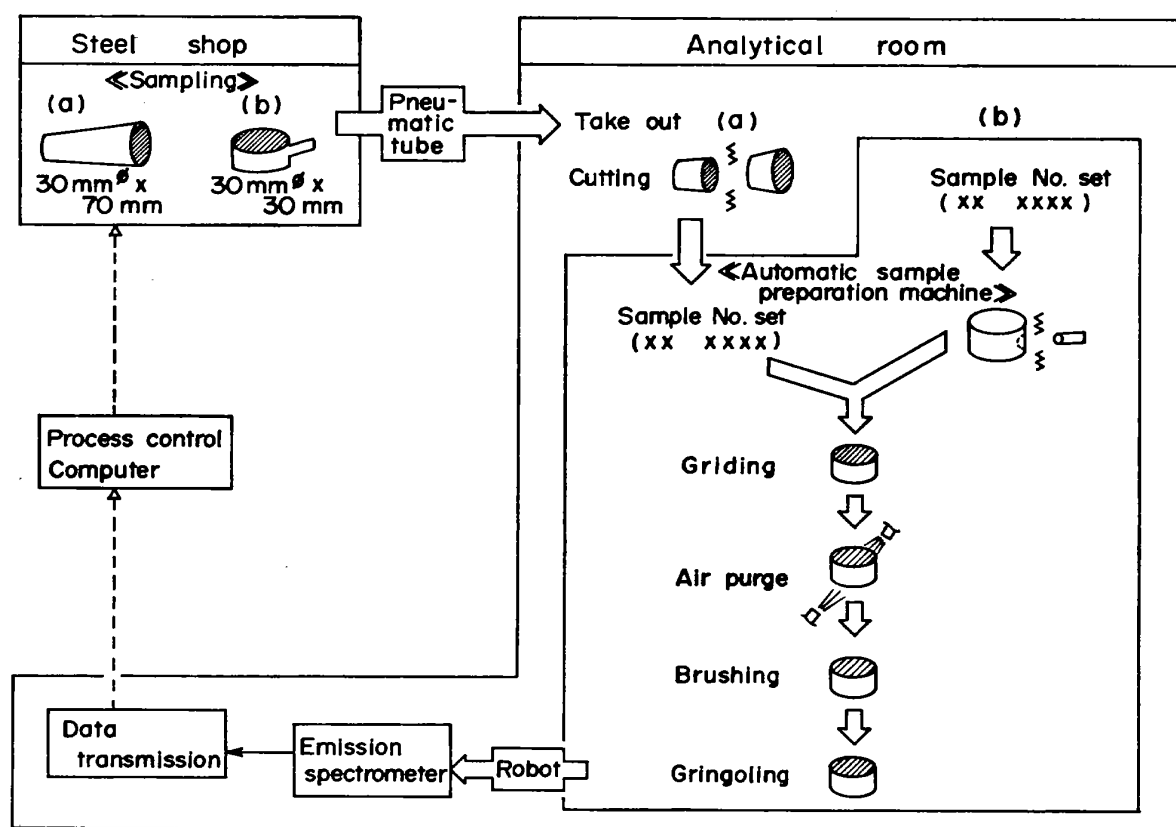


Fig. 2 Flow chart of steel analysis system

3 自動化に伴う諸検討

分析の自動化が達成されるためには、従来法と自動分析法との間に分析値の差がないことが最も重要である。発光分光分析装置は、島津製作所製で、GVM-1000 型である。発光部は HPSG 400 型、測光部はパルス分布測光方式 PDA (Pulse Height Distribution Analyzer) 法³⁾⁴⁾の処理機能をもっている RE-11M 型、データ処理装置は QC-5C 型である。又 XRF 分析装置は、島津製作所製の VXQ-160S 型で Table 1 にその分析条件を示した。

3.1 銑鉄中の炭素分析

XRF 分析装置により、銑鉄中の C を分析する場合、試料の白銑化が最も重要である^{5)~8)}。Fig. 3 は福山製鉄

所において、従来から使用しているスタンプ型試料と、今回、自動化用に開発したカップ型試料の形状を示したものである。スタンプ型試料は外径約 30 mm ϕ 、厚さ約 7 mm であるが、分析面から深さ方向に対して約 1 mm しか白銑化されていなかった。これに対し、カップ型試料は、外径約 30 mm ϕ で、内径が 25 mm ϕ の位置の厚さは約 3 mm と薄くしており、分析面から深さ方向に対しては 3 mm の厚み全域が白銑化されていた。これはカップ型試料の表層からの冷却速度が速いため均一に白銑化されていると考えられる。Fig. 4 はスタンプ型試料とカップ型試料の研磨深さと分析値及び連続繰り返し分析精度について調べた結果である。スタンプ型サンプルの場合、分析面表層から深くなるほど、分析値は高値を示し、分析精度が悪くなるのに対し、カップ型試料は深さに関係なく、分析値は一定で分析精度も良好であった。スタンプ型試料の分析値が高値を示し、分析精度が悪くなった原因は、研磨によって深さ方向で白銑化層がなくなり、黒鉛が析出したためと考えられる。Fig. 5 は試料温度が分析値に及ぼす影響を調べた結果である。分析値前の試料温度が 30~100 °C までの間では、分析値への影響は認められず、自動化設備による試料温度は約 50 °C であり問題なかった。又、従来の手作業による試料調製後の分析試料温度は 30~60 °C であった。

Table 1 Analytical conditions (XRF)

X-Ray tube	Rh target 40 kV-70 mA
Sample mask	SUS 25 mm ϕ
Spectrum	total reflection
Crystal	organic crystal
Detector	F-PC
P.H.A.	differential
Sample spin	60 rpm
Measuring time	20 s

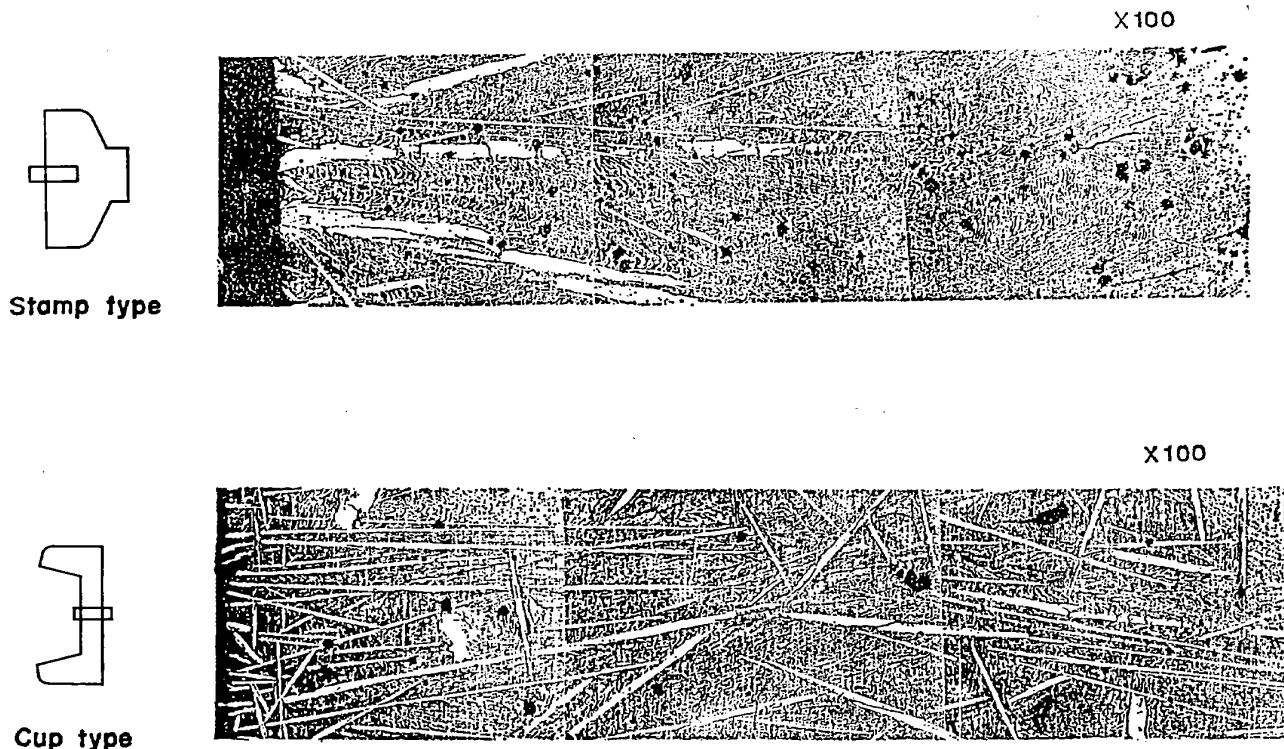


Fig. 3 Grain structure of pig iron sample

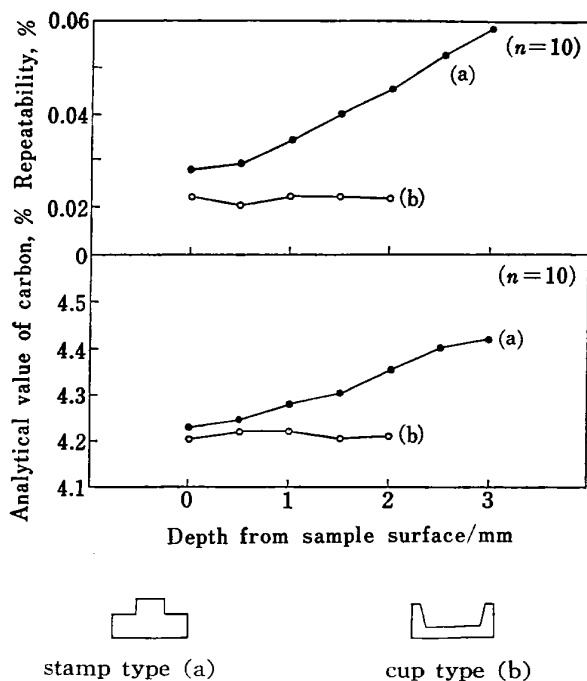


Fig. 4 Relationship between depth from sample surface and analytical value of carbon

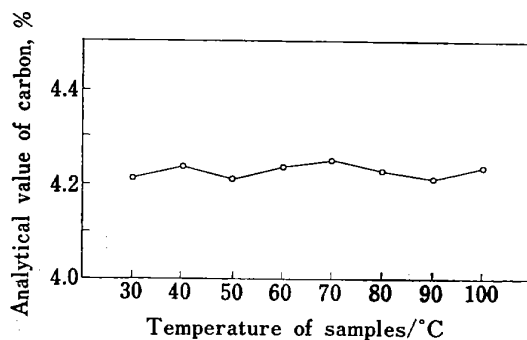


Fig. 5 Influence of temperature of sample on analytical value of carbon

3.2 励起源と分析線

発光分光分析における発光の励起条件と分析線が分析精度に及ぼす影響について検討した。励起源は、放電エネルギーの差による影響を見るためにアークライクなスパーク放電と通常のスパーク放電の2水準を用いた。実験試料はNBSの低合金鋼シリーズを用いた。この結果より、発光分光分析における励起源及び分析線は、各成分ごと濃度に応じて使い分けたほうが良いことが分かった。これらの詳細は既報³⁾に示した。

3.3 時間分解測光法

発光分光分析法の分析精度を向上させる目的で、発光強度と積分時間の関係を調べて、最も発光強度が安定している積分時間帯のみを分析情報として取り込むことが試みられている⁸⁾⁹⁾。各元素の強度-時間曲線の最適発光強度域の積分強度を、時間分解測光法で求めた分析精度と、従来の発光強度を全積分して求めた分析精度の比較をTable 2に示す。微量濃度域では、時間分解測光法が従来法より良好な精度であることが分かった。

3.4 分析値へ及ぼす試料温度の影響

発光分光分析の分析値へ及ぼす試料温度の影響について検討を行った。この結果、分析前の試料温度が30°~50°Cの間で分析を行ったとき、分析前後での分析試料面の温度変化が小さいことが分かった。この温度で分析すれば、試料温度に起因する分析誤差を最も小さくできることが分かった³⁾。一方、従来の手作業による試料調製は、個人差が大きく試料表面温度は35°~55°Cの変動があった。

3.5 従来法と自動分析法の比較

3.5.1 XRF 分析 工程分析試料にて、従来法（発

Table 2 Comparison of precisions of steel analysis by time division method and conventional method (%)

	λ/nm				
	C 193.0	P 178.2	S 180.7	B 182.6	Al 394.4
Conventional					
n	10	10	10	10	10
$\bar{x}$	0.001	0.001	0.002	0.0001	0.002
σ	0.0006	0.0005	0.0006	0.00005	0.0007
R.S.D.	60.0	50.0	30.0	50.0	35.0
Time division					
n	10	10	10	10	10
$\bar{x}$	0.001	0.001	0.002	0.0001	0.002
σ	0.0002	0.0001	0.0001	0.00002	0.0001
R.S.D.	20.0	10.0	5.0	20.0	5.0

Table 3 Comparison of precisions of pig-iron analysis by automatic method and conventional method (%)

	C	Si	Mn	P	S	Ti
Conventional (QV)						
<i>n</i>	—	10	10	10	10	10
$\bar{x}$	—	0.34	0.40	0.024	0.42	0.04
σ	—	0.005	0.005	0.0010	0.0010	0.001
R.S.D.	—	1.5	1.2	4.2	0.2	2.5
Automatic (XRF)						
<i>n</i>	10	10	10	10	10	10
$\bar{x}$	4.00	0.34	0.40	0.024	0.42	0.04
σ	0.026	0.002	0.001	0.0005	0.0005	0.0005
R.S.D.	0.6	0.6	0.2	2.1	0.1	1.2

光分光分析) と自動分析法の分析値を比較した結果を Table 3 に示す。この結果、従来法と今回の自動分析法の分析値には差は認められなかった。従来法では、銑鉄の白銑化が不十分であったこと、XRF 法と発光分光法とで分析値に差がなかったこと、装置の稼働率などの関係で銑鉄は発光分光分析法によって分析を行っていた。又、従来法と自動分析法の連続繰り返し分析精度は、全元素について、自動分析法の分析精度が良好であった。

3.5.2 発光分光分析 工程分析試料にて、従来法と自動分析法の分析値を比較した結果、従来法と今回の自動分析法の分析値には差が認められなかった。又、C の従来法による分析精度は、 $\sigma_M=0.0018\%$ に対して自動分析法は $\sigma_M=0.0011\%$ と精度向上が見られ C 以外の成分では、ほぼ同等の分析精度が得られた³⁾。

3.5.3 窒素分析 従来法による N 分析は、ボール盤で採取した切粉試料を用いて分析していたが、自動化法ではプレス打ち抜きによるブロック試料を用いることとした。N 分析装置には、不活性ガス搬送/融解熱伝導法を原理とする堀場製作所製 EMGA-2200 型を用いた。検量線作成のための標準試料には、日本鉄鋼標準試料 (JSS) のチップ状の炭素鋼シリーズ標準試料を用いた。この結果、切粉試料に比較してブロック試料が全濃度範囲で約 1~2 ppm 低値を示すことが分かった。これは、切粉試料とブロック試料では N の抽出率に差があるためと思われる。この結果より、N 分析を行う場合は、切粉試料とブロック試料とで検量線を層別する必要があることが分かった³⁾。

4 自動化の効果

従来法と自動化法の分析試料気送以降の所要時間は、発光分光分析では、従来法で 6~15 min の分析時間がかかっていたものが、自動化法では 3~5 min に短縮で

きた。又、N 分析においては従来法で 7~10 min の分析所要時間が 5 min に短縮できた。銑鉄、鋼の全自動分析システムにより以下の効果が得られた。

- (1) 分析所要時間の大幅な短縮が図られた。
 - (2) 分析精度は、従来法と同等かそれ以上の精度が得られた。
 - (3) 分析作業が全自動化されたことによってオペレーターの省力化が達成できた。
- 本システムは設置以来、順調に稼働しており製鉄所における銑鉄及び鋼の製造工程の操業管理、品質管理に貢献している。

文 献

- 1) 鈴木孝範, 浅川秀夫, 西山昇三: 鉄鋼, **62**, 1560 (1976).
- 2) 井樋田 睦: “第 61・62 回西山記念技術講座”, 日本鉄鋼協会編, p. 71 (1970).
- 3) 佐藤重臣, 吉岡 豊, 石橋耀一: 鉄鋼, **74**, 1191 (1988).
- 4) 小野準一, 福井 勲, 今村直樹: 島津評論, **35**, 15 (1978).
- 5) 福井 勲, 小野準一: 島津評論, **35**, 25 (1978).
- 6) 鹿島次郎, 久保田正明: 分光研究, **17**, 102 (1968).
- 7) 佐藤重臣, 吉岡 豊, 石橋耀一: 鉄鋼, **73**, S 1148 (1987).
- 8) 杉本和巨, 高橋隆昌, 近藤隆明: 鉄鋼, **72**, S 1291 (1986).
- 9) 松本義朗, 遠藤 文, 的場文平: 鉄鋼, **72**, S 1290 (1986).

☆

Development of fully automatic system for analysis of pig iron and steel. Yoichi ISHIBASHI*, Yutaka YOSHIOKA** and Shigeomi SATOH** (*Advanced Technology Research Center, Nippon Kokan K.K., 1-1, Minamiwatarida-cho, Kawasaki-ku, Kawasaki-shi, Kanagawa 210; **Fukuyama Steel Works, Nippon Kokan K.K., 1, Kokan-cho, Fukuyama-shi, Hiroshima 721)

The analysis of pig iron and steel composition for production control has been automated to answer the demand for time and labor saving in the steel making process. A fully automatic spectrochemical analyzing system has been developed consisting of an automatic sampling system, a sample transferring system, an automatic analyzing system and a transmission system of analytical values. The procedure is fully automatic from sampling of molten steel and reception of samples at the laboratory to transmission of analytical values.

The most suitable conditions for automatic analysis were established.

(Received June 18, 1988)

Keyword phrases

production control; spectrochemical analysis; automatic analyzing system; automatic sampling system; pig iron and steel.
