

川崎製鉄技報

KAWASAKI STEEL GIHO

Vol.1 (1969) No.2

水島製鉄所における分析概況とその特質

The Analysis Center of Mizushima Works - Its Outline and Characteristics

遠藤 芳秀(Yoshihide Endo) 畑 俊彦(Toshihiko Hata)

要旨：

水島製鉄所における分析概況とその特質について述べた。分析センターは転炉工場地区に配置し、高炉および転炉とは気送管で結び集中管理方式を採用した。おもな分析装置であるカントバックおよび蛍光X線分析装置のほかに新しく原子吸光分析、溶液発光分析、放射化分析装置などを導入して、実作業に応用し化学分析の合理化をはかった。電子計算機と各装置を接続し、カントバックと蛍光X線分析装置からの分析値は電子計算機により高炉および転炉の工程用電子計算機に伝送され、データ処理に威力を発揮している。分析値の管理方式を確立し、機器相互間のチェックに重点をおき分析値の確度、精度を高めた。鉄鉱石の試料採取のために自動サンプラーを設置し合理化をはかった。

Synopsis：

Located in the steel-making area of Mizushima Works, the Analysis Center is connected to the blast furnaces and the LD converters with several air-shooters (compressor type), thereby achieving a well-concentrated control system ever required for the iron and steel making operations of the plant. For the rationalization of wet analysis, the Center is equipped with new analytical equipment - atomic absorption spectrophotometers, a solution type photoelectric emission spectroscopic analysis apparatus (Quantlet) and an activation analysis apparatus (Activac) - in addition to such main equipment as three photoelectric vacuum spectroscopic analysis apparatus (Quantvac) and a fluorescent X-ray analysis apparatus (VXQ). All these facilities contribute much to the rationalization of chemical analysis process needed by the plant. Through two analytical computers (Quantac 502), respectively connected to each these equipment, analytical results from Quantvac and VXQ are transmitted automatically as input to the process computers at the blast furnaces and the LD converters, thus demonstrating a full advantage of data processing. With further importance placed upon the inter-checking between each equipment, the check system of analytical results was established to improve both accuracy and precision of analysis. In addition, an automatic sampler was introduced for the rationalization of iron ore sampling.

本文は次のページから閲覧できます。

水島製鉄所における分析概況とその特質

The Analysis Center of Mizushima Works—Its Outline and Characteristics

遠 藤 芳 秀*

Yoshihide Endo

畑 俊 彦**

Toshihiko Hata

Synopsis:

Located in the steel-making area of Mizushima Works, the Analysis Center is connected to the blast furnaces and the LD converters with several air-shooters (compressor type), thereby achieving a well-concentrated control system ever required for the iron and steel making operations of the plant.

For the rationalization of wet analysis, the Center is equipped with new analytical equipment — atomic absorption spectrophotometers, a solution type photoelectric emission spectroscopic analysis apparatus (Quantlet) and an activation analysis apparatus (Activac)— in addition to such main equipment as three photoelectric vacuum spectroscopic analysis apparatus (Quantvac) and a fluorescent X-ray analysis apparatus (VXQ). All these facilities contribute much to the rationalization of chemical analysis process needed by the plant.

Through two analytical computers (Quantac 502), respectively connected to each these equipment, analytical results from Quantvac and VXQ are transmitted automatically as input to the process computers at the blast furnaces and the LD converters, thus demonstrating a full advantage of data processing.

With further importance placed upon the inter-checking between each equipment, the check system of analytical results was established to improve both accuracy and precision of analysis.

In addition, an automatic sampler was introduced for the rationalization of iron ore sampling.

1. 結 言

当製鉄所は昭和42年4月第1高炉の稼動により鉄鋼一貫体制を確立し、本年1月第2高炉の火入れにより、年間450万tの生産体制となり、引き続き第一期後半計画として第3、第4高炉の建設が予定されている。

分析においても新鋭製鉄所にふさわしい分析設

備を企画検討し、分析センターは分析頻度が高く、迅速度を要求される転炉地区に配置し、高炉からは気送管により試料を気送する集中管理方式を採用し、各分析機器の有機的活用をはかった。

また、各機器の可及的自動化をはかり、製鉄、製鋼など工程関係のデータ処理には小型分析用電子計算機を用い、分析結果をオンラインの電子計算機に直結し、データ処理の迅速、有効活用をはかることにした。¹⁾

* 水島製鉄所管理部分析課課長

** 水島製鉄所管理部分析課掛長

原料、高炉配合原料など、従来の機器分析で問題あるものについては化学分析合理化の手段として、化学、機器のおのおのの特徴を具備した原子吸光定量装置、溶液発光定量装置などを導入し、人員の合理化、分析精度、迅速度の向上をはかった。¹³⁾¹⁷⁾

鋼中ガス分析では酸素、水素ともに工程の迅速分析を目的とし、放射化分析装置などを導入し、さらに確度検定のため標準分析装置も併用した。

これらの機器より提示される分析値の誤差管理は機器相互間のチェック分析を主体とし、従来の化学分析による負担を軽減させた。¹⁴⁾

一方、原材料分析試料採取関係では、粗鉱ヤードのはぼ中央に分析試料センターを設置し、鉄鉱石では大型自動サンプラーを配置し、原料荷揚の支障をなくすことおよび試料採取作業における人員の合理化をはかった。

なお、近く予定されている当所第一期後半計画に対処するため、分析センターでは高炉、焼結工場、第1製鋼、第2製鋼、電気炉工場など広範囲にまたがる各工場より、最長2,800mを含む延べ

24,200m、約15本の新しい構想を有する独自の気送管による集中管理を計画中であり、また、分析時間の短縮をはかるため試料調製の自動化、電子計算機の大型化など新しい分析機器の導入による合理化を検討中である。

2. 組織および配置

当所では管理部分析課が、購入原材料から製品に至るまでの検収、工程、参考分析、原材料関係の試料採取および分析方法の調査研究、分析関係設備の企画、調査、保全業務を担当しており、ライン業務を担当する作業系列とスタッフ業務を担当する技術系列の2系列よりなり、連絡を密にし管理体制の強化をはかり円滑に業務を遂行している。**Fig. 1**に分析課の組織を示す。

分析センターと気送管の配置を**Fig. 2**に示す。現在気送管は7本あり、高炉系統の気送管は全長1,600mで圧送式では国内でも最長である。分析センターは作業管理上1階が機器分析室、化学機器分析室、2階が化学およびガス分析室で、

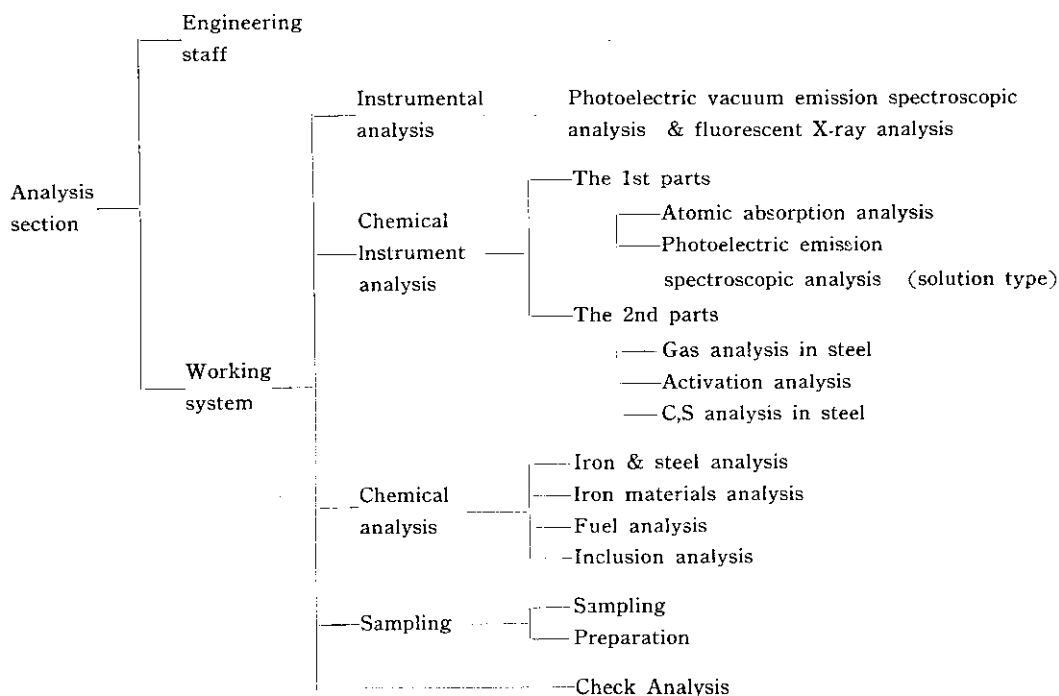


Fig. 1 System of analysis sec. at Mizushima Works (1st Feb. 1969)

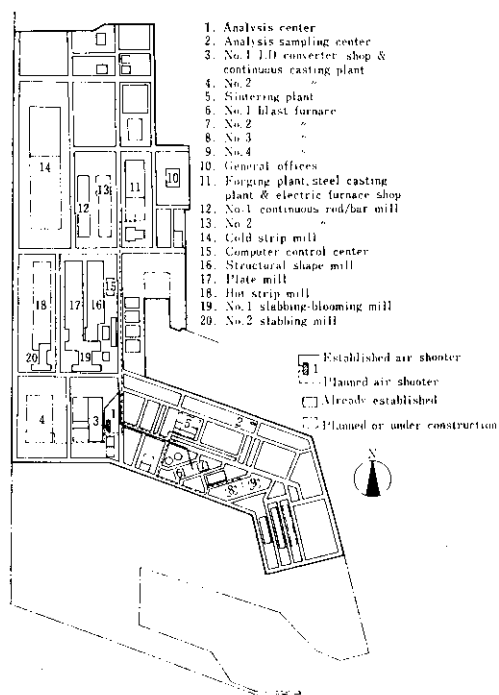


Fig. 2 Course of air shooter

Fig. 3 にその配置を示し、分析試料センターの配置を Fig. 4 に示す。

3. 分析の機器化と有効活用について

鉄鋼の一貫作業に呼応して分析作業を遂行するために Table 1 に示す分析設備を設置したが、これら分析装置の大部分は各製鉄所の使い方とほぼ同じであるが、ここでは特に当所で導入した新しい装置、新しい使い方および新しく実用化したものについて述べる。

3.1 自動化による分析の合理化

3.1.1 高速度自動切断研磨装置の設置

Table 1 Outline of analytical equipments

Name of equipment	Number	Service	Remarks
Photoelectric vacuum emission spectroscopic anal. apparatus (Quantvac)	3	Rapid analysis of iron & steel	Made by Shimadzu Co., Ltd. Vacuum type spectrometer, GV-200 Range of wavelength, 1700-3400Å Channels 45-53, Groups 3 Analytical elements 18-20
Fluorescent X-ray analysis apparatus (VXQ)	1	Rapid analysis of BF slag, LD slag, sinter, return fines & ferro-alloys	Made by Shimadzu Co., Ltd. Analytical element Fixed 9 elements Scanning 7 elements Cr-target
Analytical computer (Quantac 502)	2	Belonging to Quantvac, VXQ, Quantlet & Activac	Made by Shimadzu Co., Ltd. Word: Decimal, sign and 6 digits, serial, fixed point Memory: Magnetic drum, 3600 rpm 60 cps, 6400 words, 1.7 to 17 ms. access time
Atomic absorption spectrophotometer	4 1	Rapid analysis of ore, iron & steel	Made by Nippon Jarrell-Ash Co., Ltd. JA-AA-1E & JA-AA-1 Made by Hitachi Ltd. Hitachi-207
Photoelectric emission spectroscopic analysis. apparatus (Solution method) (Quantlet)	1	Rapid analysis of steel & iron materials	Made by Shimadzu Co., Ltd. Range of wavelength 1850-4300Å Channels 34, Groups 2 Analytical elements 16

Oxygen analyzer	1	Rapid analysis of oxygen in steel	Made by Tokyo Shibaura Electric Co., Ltd. Oxygen-Activation Analyzer (14MeV Neutron Radio-Activation)
	2		Made by Kawasaki Steel Corp. Conductmetric method
Hydrogen analyzer	2	Rapid analysis of hydrogen in steel	Made by Seishin Shoji Co., Ltd. Arc-Fusion Gaschromatography Made by Naruse Scientific Instrument Co., Ltd. Palladium separate-pressure measurement method
Nitrogen analysis apparatus	4	Rapid analysis of steel	N analysis apparatus
Carbon analyzer	4	Rapid analysis of iron & steel	Made by Kawasaki Steel Corp. Conductmetric method
Sulfur analyzer	3	Rapid analysis of iron & steel	Made by Kokusai Denki Co. High frequency furnace type
	2		Made by Laboratory Equipment Co. Muffle combustion KIO ₃ automatic titrater
Chemical analysis apparatus	1	Analysis of ore, alloy, metal, iron & steel Analysis of fuel	Balance (Chemical & Digital) Photoelectric spectrometer PH meter Karl Fisher apparatus Mercurry cathode electrolysis Automatic titrater Dynamic viscosity meter Automatic calorimeter Inclusion analysis apparatus
Sampling in Analytical center	1	Sampling & preparation of ore, slag, iron & steel	Automatic sample preparater (cutting & polishing) Manual cutter, grinder Belt-sander Ore sampling mill Briquet press
Sampling preparation equipment	1	Sampling & preparation of ore	Sample preparation plant for iron ore Sample preparation plant for coal Random automatic sampler (for fine iron & coal) Box sampler (for lime-stone) Sample preparation plant for cokes Sample preparation equipment (for lime-stone, fluorite etc.) Sample preparation equipment for ferro-alloy Automatic sampler (for lump ore)
Air shooter	7	Conveyance of sample	Made by Ueno Manufacturing Co., Ltd. Compressor type Blast furnace 1600m LD converter 200m No.1 casting yard 300m No.2 casting yard 340m Casting yard (degassing) 300m Continuous casting plant 350m Hot metal yard 60m (mean speed 25m/sec)

製鋼分析の自動化の一環として自動試料調製装置を設置し、転炉鋼の試料成型の自動化をはかった。一般に試料の調製は切断機と研磨機とを別個に設置し、試料塊を切断したのち切断面を研磨してカントバック試料を調製していたが、これを1台の装置に組み込んで試料塊を装置のバイス上におき、スタートボタンを押すことによって自動的に動作し、所定の部位を切断したのち表面を所定のあらさに研磨して、カントバック試料が調製されるようになっている。つまり1プッシュ1サイクルでカントバック試料が調製でき、従来の手動切断に比較して迅速、安全にしかも精度よく調製される。

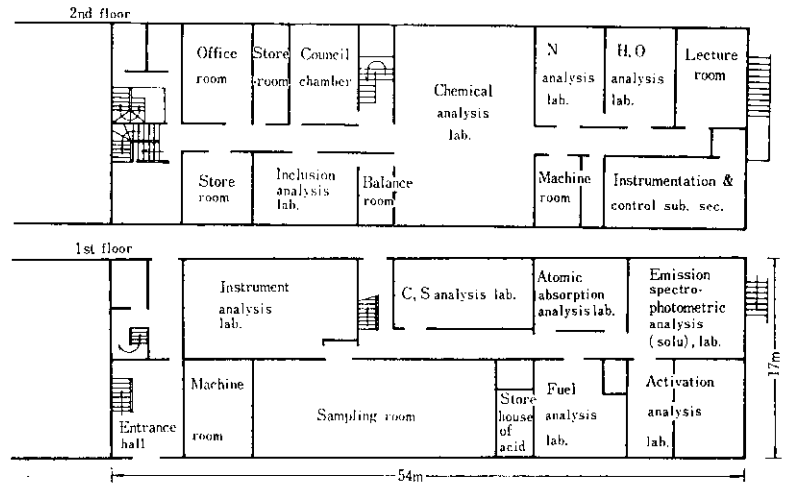


Fig. 3 Layout of analysis Center

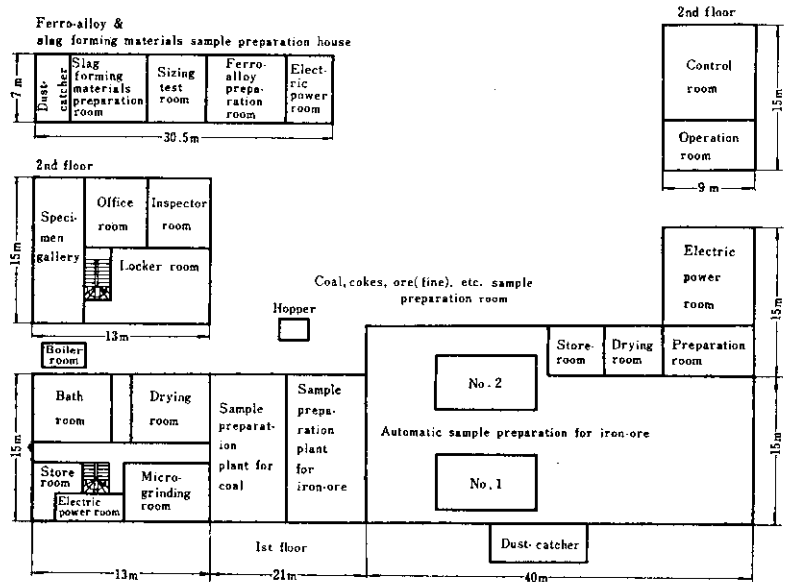


Fig. 4 Layout of analysis sampling center

3.1.2 分析機器の電子計算機接続¹⁾

最近の製鉄所では発光分光分析装置および蛍光X線分析装置に電子計算機を接続して、分析作業の自動化をはかっているところもあるが、当所ではさらに新しく銑鋼工程へのデータ伝送と分析作業能率向上、自動化、迅速化のために分析用電子計算機(カンタック 502) 2台を設置し、これに4

台の発光分光分析装置(カントバックおよびカントレット)、1台の蛍光X線分析装置(VXQ)、1台の中性子放射化分析装置(アクチバック)の接続を行なった。なお、発光分光分析装置のうち1台は重複して接続した。

当所における分析システムはFig.5のブロックダイアグラムに示すように衛星型の接続を行ない自動回路によって自動的に切替えてオンライン的

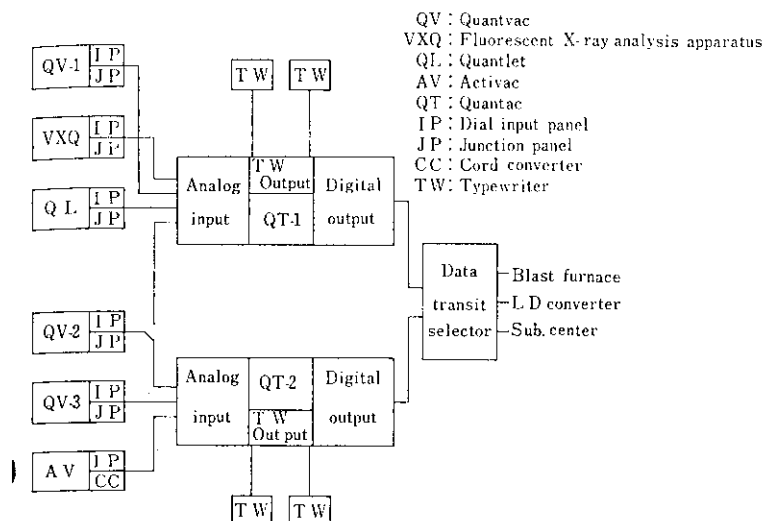


Fig. 5 Block diagram of the Quantvac analysis system

な処理を行なっている。分析装置との組合せについては分析頻度、時間的な問題、プログラムの共通性、分析対象物との関係などを考慮して組合せた。なお、カントバック2号機は計算機の故障時の対策として重複して接続した。各分析装置による分析対象はカントバック1, 2, 3号で転炉鋼、高炉鉄、溶鉄、直鑄成品、カントレットは溶液法で鉄鉱石、焼結原料、焼結鉄、ダスト、スラジおよび鉄鋼成品の分析を行ない、蛍光X線分析では焼結鉄、返鉄、高炉滓、転炉滓、フェオアロイ、合金鋼、鉄鉄など、アクチバックでは鋼中酸素の迅速分析を行なっている。

このシステムにおけるカントバックの役割は各分析装置付近におかれた設定器に設定された条件により、修正常数、検量線定数の選択、補正ルーチンの選択などを行ない、分析装置からの測定信号を逐次取り出し、含有量計算、製鋼、製鉄などのプロセス・コンピューターへのデータの伝送を行なうことであり、その内容は含有量計算、分析値のチェック、検量線の補外チェック、測光値のドリフト修正、分析装置の自動切換、分析値の自動および手動伝送、重量補正、分析回数指定、検量線定数計算および曲線プロット、機器別印字、報告書の作成、共存元素の影響補正、トータルチェック、塩基度管理、出力自動切換である。

多くの分析装置を2台のカントバックに接続し、

カントバックに放射化分析装置および溶液発光分析装置を接続したので、このように内容が、かなりの量のデータ処理を行ない成果をあげている。

3.2 カントバックおよび蛍光X線分析の適用範囲の拡大

3.2.1 カントバックによる鉄鋼分析

カントバックによる鋼中高炭素の分析は精度の点で若干問題があるといわれ、高炭素の分析に対してはカントバック分析値を参考として化学分析値を最終値にしているところが多いようであるが当所ではシビヤーな空調条件および研磨材の改良、Arガスの純度の向上などの検討により、転炉出鋼のSC材、SWRH材などの高炭素の分析にカントバックを適用し良好な結果を得ている。

また、Moはカントバックで定量する場合、従来の波長では共存するMn, Ni, Alが重複し妨害となっていたが、波長Mo II 2020.32Åを用いれば上記元素の共存も影響しないとの報告もあるので、当所カントバック3号機にこの波長を組み入れて検討したところ、これらの元素の妨害もなく精度、確度とも良好な結果を得たので実用化している。²⁾

3.2.2 蛍光X線分析による返鉄および合金鉄の分析

分析の合理化として化学分析を極力機器化するために、化学分析を行っていた返鉄を溶液発光分光分析化した。この方法ではT.Fe, SiO₂の分析ができず化学分析を行ってきた。しかし、この溶液発光分析から蛍光X線分析化の検討を行なったところ、T.Fe, SiO₂も精度よく分析可能となったので実用化している。

また、合金鉄の分析は分析頻度の高いフェロマンガンとシリコマンガンについて検討し、良好な結果を得たので現在実用化している。

3.3 原子吸光分析の作業化および分析成分

拡大^{3~15)}

分析機器としてカントバック、蛍光X線分析装置が工程分析用として使用され生産工程に寄与しているが、これらの装置は必ずしも多能的なものではなく、試料履歴、試料の結晶構造、粒度などマトリックスの影響を受けやすく、分析対象はものずと限界がある。したがって製品、半製品あるいは原料、高炉配合原料などの分析はいまだに化学分析の依存度が高いのが現状である。

そこで化学分析の合理化の一環として、原子吸光分析法の作業性、精度、確度にすぐれていることに着眼し、原子吸光定量装置を導入し、鉄鋼およびその原材料への応用を試み、すでに **Table 2** に示す成分を作業化している。

いうまでもなく、この方法および後述する溶液発光分析法は溶液化するの得上記機器のようにマトリックスの影響を受けず、あらゆる不定形試料にも適用可能である。

鉄鋼および鉄鉱石の分析結果の1例を **Table 3** および **Table 4** に示す。この方法は精度、確度ともに良好で従来の化学分析法に比し、著しく作業能率が向上した。たとえば、鉄鋼分析でネックになっていた鉄鋼中の可溶性アルミニウムの定量では、化学分析による場合はベースとなるFeの除去(磁気水銀陰極電解法あるいはMIBK分離法)に時間を要し、日間処理量も1作業員で10~15件程度であるが、本法では試料の溶解後直接定量できるので40~50件の分析は容易である。また精度、確度の点でもAl 0.002%以上を対象とした場合なら化学分析法に比しそん色はない。

鋼中の他元素の定量においても同様なことがいえる。また、鉄鉱石類への応用については同一試料溶液より多成分を迅速に定量可能となり、従来の化学分析に比し著しい合理化ができた。

この方法の利点については上述したが、機構は炎光によるものであるから炎の安定性、アトマイザーの方法、ビームの通り方、また魚尾型バーナ

Table 2 Analytical element of iron materials, iron & steel by atomic absorption spectrophotometry

Analysis object	Analytical element
Steel	Al, Mn, Cu, Ni, Cr, Mo, Ti, Co, Pb
Sinter	Al ₂ O ₃
Iron ore	Al ₂ O ₃ , CaO, MgO, Mn, Cu, TiO ₂ , Cr, Pb, Zn, Ni, V, Co
Lime stone	MgO
Ferro-alloy, Metal	Al, Fe, Mn, Cu, Cr, Bi, Cd, Sn
Flux	Na ₂ O, K ₂ O
Inclusion	FeO, Al ₂ O ₃ , MnO

Table 3 Analytical results of steel by atomic absorption spectrophotometry (%)

Sample	Mn		Cu		Al	
	Stand. value	A-A value	Stand. value	A-A value	Stand. value	A-A value
GK-13	0.631	0.625 0.635	0.112	0.112 0.115	0.004	0.005 0.005
GK-16	1.815	1.84 1.86	0.138	0.140 0.136	0.012	0.011 0.011
NBS 111B	0.706	0.710 0.715	0.028	0.027 0.027	0.043*	0.035 0.036
NBS 65d	0.730	0.730 0.720	0.051	0.050 0.051	0.059*	0.051 0.052

* Total Al

Table 4 Analytical results of iron ore by atomic absorption spectrophotometry(%)

Sample	CaO		MgO		Al ₂ O ₃	
	Chem. value	A-A value	Chem. value	A-A value	Chem. value	A-A value
BCS 175/1	0.28*	0.26	1.49*	1.40	1.10*	1.15
Goa	0.03	0.03	0.10	0.08	2.90	2.94
Hamersley	0.01	0.02	0.10	0.05	2.48	2.48
Bensonlake	2.12	2.10	0.71	0.76	0.62	0.64
Rompin	0.03	0.02	0.65	0.61	2.58	2.50

Sample	Zn		Ni		Cr	
	Chem. value	A-A value	Chem. value	A-A value	Chem. value	A-A value
Goa	<0.01	0.005	0.003	0.002	0.006	0.006
Hamersley	<0.01	0.003	0.002	0.003	0.001	0.002
Bensonlake	0.02	0.015	0.007	0.005	0.002	0.003
Rompin	0.06	0.063	trace	0.001	0.005	0.004

* Stand. value

で多数の試料を分析する場合は、塩のつまりなどに考慮を払わなければ誤差の要因となることはいうまでもない。

当所におけるこれらの要因対策としての標準化は、被対象試料を数個分析するたびに標準溶液あるいは同様の標準試料を測定し、測定スケールのレベルを監視する方法をとり、精度、確度などのいわゆる定量値の信頼性を高かった。

3.4 溶液発光分析の実用化¹⁶⁾

原子吸光分析装置の導入とともにさらに、多元素同時定量を目的として、溶液発光分光分析法の作業性にすぐれていることに着眼し、非真空型直読式分光分析装置（カントレット）を導入し、鉄鋼およびその原材料への応用について検討をすすめる。現在、鉄鋼では Mn, Cu, Ni, Cr, Al, 鉄鉱石などの高炉原料では Al_2O_3 , CaO, MgO, Mn, Cu, TiO_2 を作業化している。

溶液発光分光分析法については、すでに多くの報告もあるが、鉄鉱石類に応用した例は少なく、当所では実験により鉄量補正式を求め鉄鉱石類の分析に適用している。すなわち、鉄鋼およびその原材料の各元素を定量するに当り、カントレット

では、ホトマルからの光電流を積分して各元素と Fe の強度比を記録するので、前者は Fe 量がほぼ一定なので問題ではないが、後者の場合は、試料により Fe 量がことなるため各元素とも Fe 量の影響を受けるので、Fe 量別に検量線を作成するか、あるいは、鉄量補正を行なう必要がある。しかし、Fe 量に応じ各成分の検量線を作成するのは、操作が繁雑で、誤差の原因となりやすいなどの難点があるので、実験により鉄量補正式を求め、Fe 60 % 基準として各成分の検量線より得られた値を補正式により鉄量補正することにした。

鉄鋼および鉄鉱石の分析結果の 1 例を **Table 5** および **Table 6** に示す。この方法は Al_2O_3 を除いて精度、確度ともに良好である。 Al_2O_3 は他の成分にくらべ若干精度はおちるが工程分析には十分適用することができ、従来の化学分析法に比し著しく作業能率が向上した。たとえば、鉄鋼試料 10 件の Mn, Cu, Ni, Cr の 4 成分を分析するのに化学分析では 1 作業員が 2~2.5 日、原子吸光分析では 6 時間、本法では 3~4 時間に短縮でき、また鉄鉱石 10 件の Al_2O_3 , CaO, MgO, Mn, Cu, TiO_2 の 6 成分の定量では、化学分析による場合は Fe の除去、分離などに時間を要し、1 作業員では 5 日、原子吸光分析では 1.5~2 日を要するが、本法では試料溶解後直接 6 成分同時に分析できるので 1 日で分析可能で、従来の化学分析にくらべ著しい合理化ができた。

溶液発光分析と原子吸光分析の使いわけは、分析の要求精度、分析コスト、作業能率などの面より考えて、鉄鉱石や高炉配合原料のごとく同時に多成分を分析する場合、すなわち、多成分分析用には溶液発光分析を活用し、分析成分の少ないもの、または、鉄鋼中の Al のように微量で、とく

Table 5 Analytical results of steel by Quantlet (%)

Sample	Mn		Cu		Ni	
	Stand. value	QL value	Stand. value	QL value	Stand. value	QL value
NBS 19g	0.55 ₄	0.56	0.09 ₃	0.09	0.06 ₆	0.07
NBS 100b	1.89 ₀	1.92	0.06 ₄	0.07	0.03 ₀	0.02
KKS-13	0.63 ₂	0.64	0.09 ₀	0.08	0.02 ₂	0.02
KKS-112	0.46 ₃	0.45	0.10 ₅	0.10	0.67 ₀	0.66
KKS-114	0.48 ₁	0.50	0.36 ₂	0.36	0.03 ₁	0.02

Table 6 Analytical results of iron ore by Quantlet (%)

Sample	Al_2O_3		CaO		MgO		Mn		Cu		TiO_2	
	A-A	QL	A-A	QL	A-A	QL	A-A	QL	A-A	QL	A-A	QL
Dungun	2.30	2.22	0.12	0.14	0.20	0.22	0.16	0.16	0.013	0.012	0.12	0.10
Larap	1.64	1.60	0.60	0.65	0.61	0.62	0.07	0.06	0.011	0.011	0.26	0.26
Goa	2.78	2.71	0.02	0.01	0.06	0.05	0.45	0.46	0.002	0.002	0.13	0.11
Ipoh	2.84	2.82	2.75	2.68	0.70	0.74	0.56	0.58	0.002	0.001	0.15	0.16
Eagle Mt.	1.26	1.19	1.22	1.31	2.86	2.87	0.04	0.05	0.041	0.042	0.11	0.11

に精度を要求されるものには原子吸光分析を活用している。

本法の利点については上述したが、被検液中の酸濃度、共存塩類、溶液カップ中の液量、浸漬深さ、黒鉛ディスクの材質などに考慮を払わなければ誤差の要因となることはいうまでもない。

当所におけるこれらの要因対策としての標準化は前述の原子吸光分析の場合に準じている。

3.5 鋼中ガス分析

当所においては転炉および脱ガス設備稼動にともない鋼中のO、H、およびNの分析を本格的に日常作業として実施している。

3.5.1 酸素分析

酸素分析装置として、不活性ガス溶融電気伝導度測定法のものとして放射化分析装置を設置し、脱ガス、造塊、各種実験材を分析対象としているが、なかでも脱ガス試料は迅速性が要求されるので放射化分析装置で分析し、不定形試料ならびにチェック分析用として前者を使用して、精度、確度ともに良好である。放射化分析装置は前述のごとくカンタックと接続し迅速化をはかった。

3.5.2 水素分析¹⁷⁾

水素分析装置は、相対定量法としての直流アーク溶融ガスクロマトグラフ法と較正用絶対定量法としての不活性ガス送気加熱抽出パラジウム分離測圧法の2機種を設置し、前者を工程分析用に後者をそのチェック分析用として、H含有量0.1ppm以上の試料を再現性よく定量している。

このようにOおよびHの分析では工程分析用、チェック分析用と使いわけして、分析値の管理の強化をはかっている。

3.5.3 窒素分析

現在、N分析は水蒸気蒸溜法とN₂吹込蒸溜法の2法により行なっているが、分析の自動化をはかるためN分析装置の導入を計画し、内外数社のメーカーに試料を送付し機器選定中である。

これらの鋼中ガス分析を成功させ、データの有効利用を計るには製鋼とタイアップして研究する必要がある。

3.6 新分析装置の導入計画

さらに、分析の合理化を推進するために、カントバックで分析できない鉄鋼の不定形試料を不活性ガス雰囲気中でアークで溶融し、ボタン状にしてカントバックで分析する不活性ガスアーク溶融試料成型装置、鉍石や合金鉄の主成分分析の機器化のための溶液蛍光X線分析装置および超微量成分分析の機器化のために、研究開発されつつある原子蛍光分析装置の導入を検討、計画中である。

4. 分析値の管理方式¹⁸⁾

分析値の管理では、分析誤差を把握し、精度の向上をはかるとともに機器間、機器化学間および事業所間のバイアスを未然に防止するために、Table 7に示すような管理を実施している。

4.1 化学分析の誤差管理

日常分析の確度の管理には標準試料を用い、精度の管理には標準試料および管理試料（分析を行なった日常作業試料を作業員には未知試料として分析させる）を用い、x-R管理図によって管理を行なっている。管理試料は毎日1本そう入し、標準試料のあるものは同時に並行して分析を行ない、分析値が、管理限界をはずれた場合は再検し原因を究明する。

4.2 機器分析の誤差管理

誤差管理の方法としては、精度についてはくりかえし分析により、確度については化学分析などでチェックを行ない把握するのが基本である。しかし、化学分析によるチェックではその迅速性に問題があるため、比較的化学分析に近く、迅速性のある原子吸光分析などをはじめ他の機器によりチェックを行なうのが主体である。これらの誤差管理方式をTable 7およびFig. 6に示す。

誤差の管理方法としては現場で実施するために簡単な方法を徹底して行なっており、相当効果を上げている。チェックの方法としてはつぎに示すとおりであり、その頻度は管理状態により増減する。

Table 7 Check system of analytical value

Analytical object	Analytical equipment	1st check	2nd check
(Iron & Steel) Converter steel, Pig iron, Molten iron Mold pig iron	Quantvac-Quantac	Between each Quantvac (No. 1~No. 3)	Chemical analysis & atomic absorption spectrophotometry (A-A analysis)
(Iron & Steel) Steel product, Steel semi-product (inconstant sample)	A-A analysis apparatus & Quantlet	A-A analysis about Quantlet analysis Between each A-A analysis apparatus (No. 1~No. 3) about A-A analysis	Chemical analysis
BF slag & LD slag	Fluorescent X-ray analysis apparatus (VXQ)-Quantac	Chemical analysis & A-A analysis	
Sinter	VXQ-Quantac	Chemical analysis & A-A analysis	
Return fines & mixed iron ore	VXQ, A-A analysis apparatus & Quantlet	A-A analysis & Quantlet about VXQ, A-A analysis about Quantlet, Between each A-A analysis apparatus about A-A analysis (No. 1~No. 3)	Chemical analysis
Slag forming material	Chemical analysis & A-A analysis apparatus	Chemical analysis	
(Iron & steel) Special elements & micro elements	A-A analysis apparatus and chemical analysis	Chemical analysis	
(Iron & steel) Gas analysis	O: Conductmetric method & activation analyzer H: Arc-fusion gaschroma- tography & palladium separate-pressure measurement method N: Chemical analysis	O: Conductmetric method H: Palladium separate- pressure measurement method	

(Iron & steel)

Quantvac (between each Quantvac No. 1, 2, 3)

.....→Fluorescent X-ray analysis apparatus (VXQ)

A-A analysis & Quantlet

(Iron material)

VXQ → { A-A analysis (between each A-A analysis apparatus No. 1, 2, 3)
 ↓
 Quantlet

(Oxygen in steel)

Conductmetric method ← Activation analyzer

(Hydrogen in steel)

Arc-fusion gaschromatography

Palladium separate-pressure measurement method

Fig. 6 Method of check analysis between each instruments

(1) 同一試料2回の分析を多数行ない、その差Rを管理図に打点する。

(2) 標準試料を分析試料と同一条件で分析し、管理図に打点する。

(3) 管理試料として各班で日常作業分析したのちの試料をランダム抽出し、再分析を行ないその差Rを管理図に打点する。

(4) (3)の再分析後の試料を化学分析および他の機器にて分析し、化学分析または他の分析機器の差(X)の管理図を打点する。

以上のような方法によって(1), (3)で精度を、(2)で確度の管理を行なっている。

化学分析による機器のチェックについては機器分析は高速度で作業が進行し、管理分析とは格段の差があり、アクションは後手となりやすいため、若干名で管理分析班を編成し、誤差管理にあてるとともに機器相互間のチェックに重点をおき、化学分析によるチェックは最小限にとどめるようつとめている。

5. 試料室の合理化¹⁹⁾

試料室は購入原材料関係の受入れ検定用試料のサンプリングおよび調製から、所内で発生する参考用試料全般の調製作業を行なっており、現設備は受入れ検定用サンプリング装置として、受入れベルトコンベヤーに鉄鉱石(粉)、石炭、コークス(粉)を対象としたランダム自動サンプリング装置ならびに石灰石を対象とした石灰石自動ボックスサンプラーを設置し、一方、調製設備は各種単体設備のほか、鉄鉱石(粉)および石炭は、自動調製プラントを設置し合理化をはかった。

また、本年5月には塊鉄鉱石を対象とした大型自動サンプラーならびに自動調製設備を設置し

た。

6. 将来の計画

今後予定されている生産設備として、第3、4高炉、第4、5、6転炉、電気炉および第3、4焼結工場などがあり、これらに対処するため、分析センターと各工場を気送管で結び集中管理を計画しており、分析作業においても各分析機器を積極的に導入し、自動化をはかり、分析時間の短縮および合理化計画を進めている。すなわち、第2製鋼に対する分析時間の短縮には、気送管と高速自動切断研磨装置を直結してカントバック試料調製行程の自動化をはかり、かつ、カントバックの改造および工業用電子計算機スタック(STAC 5020)の導入などを計画している。そのほか蛍光X線分析の試料調製では自動粉体処理装置を導入して自動化をはかり、気送管設備においては、新構想を折込んだ直接式自動搬送設備を設置して合理化を検討中である。

また、一方試料室では新しく計画されている原料受入れコンベヤーにも自動サンプラーを増設し鉄鉱石、石炭、雑原料などの試料採取、調製作業の合理化も検討中で、第一期後半においても気送管による集中管理方式を母体とし、年間1,000万tの生産体制に対処するよう計画を進めている。

以上、水島製鉄所における分析の概況および特質について報告したが、今後も集中管理を主体として、管理体制の強化をはかるとともに、新鋭設備の導入および分析機器の有効活用につとめ、少数精鋭により、鉄鋼一貫作業に対処する考えである。

参考文献

- 1) 遠藤, 畑, 斎藤: 鉄共研, 鉄鋼分析部会, 発光分析分科会資料, 発光-165 (1968)
- 2) 遠藤, 畑, 斎藤: 鉄共研, 鉄鋼分析部会, 発光分析分科会資料, 発光-164 (1968)
- 3) 遠藤, 中原: 学振報告, 19委 8292 (1965)
- 4) 遠藤, 中原: 学振報告, 19委 8466 (1966)
- 5) 遠藤, 畑, 中原: 学振報告, 19委 8631 (1966)
- 6) 遠藤, 畑, 中原: 学振報告, 19委 8749 (1967)
- 7) 遠藤, 畑, 中原: 分析化学, 16 (1967), 364

- 8) 遠藤, 畑, 中原: 分析化学, **17** (1968), 679
- 9) 遠藤, 畑, 中原: 分析化学, **18** (1969), 76
- 10) 遠藤, 畑, 中原: 分析化学, **18**(1969), 833
- 11) 遠藤, 畑, 中原: 分析化学, **18**(1969), 878
- 12) 遠藤, 畑, 中原: 日本分析化学会1968広島大会講演
- 13) 遠藤, 畑, 中原: 分析機器, **5** (1967), 37
- 14) 遠藤, 畑, 中原: 鉄と鋼, **55** (1969), 116
- 15) 遠藤, 畑, 中原: 鉄共研, 鉄鋼分析部会, 化学分析分科会資料 C A-34-1~7 (1968)
- 16) 遠藤, 畑, 中原: 分析機器, **6** (1968), 298
- 17) 遠藤, 畑, 松村: 分析機器, **6** (1968), 662
- 18) 遠藤, 畑, 高木: 分析機器, **6** (1968), 524
- 19) 遠藤, 畑, 坂尾: 鉄鋼連盟鉍石品位調査委員会資料, 18-26 (1967)