

— 論 說 —

熔銑のサンプリングに関する工場実験

(昭和 27 年 11 月品質管理討論會にて發表)

佐伯正夫*・米澤泰三

FACTORY EXPERIMENTS OF MOLTEN PIG SAMPLING

Masao Saheki and Taizo Yonezawa

Synopsis:

This experiment was performed in the blast furnace plant of Kamaishi Works, Fuji Iron & Steel Co., in order to inspect whether the current sampling method of molten pig iron was adequate or, not, and then to decide the best method. In ordinary practice two samples were taken at each tap.

They were called "A" sample and "B" sample, the former was ladled on the cast-house runner and the latter was ladled at the casting machine and the grading of pig iron for sale was defined by analytical value of the "B" sample.

It was requisite to ascertain the difference of analytical value of compositions between "A" and "B" samples and the changes of molten pig compositions according to the stages of tapping, especially about Si, Mn contents.

So as to attain this purpose both "A" and "B" samples were taken from each hot metal ladle at each tap, and was sent to the test-room. The results of this experiment, obtained by several statistical methods were as follows: —

1) There was no significant difference in analytical values of Si, S and Mn contents between "A" and "B" samples, and so abolition of "B" sample must be considered.

2) There was no significant change of compositions according to the time of tapping except Si as foundry pig and S as open hearth furnace pig.

3) As for the each tap of foundry pig, Si content was observed to be low value comparatively at first, and increased gradually. During this stage Si content approached to the average value at about 3/7, and showed maximum value at about 5/7 of all stages of tapping, and then decreased again a little toward the end of tapping.

4) As for each tap of open hearth furnace pig, S content was observed to be almost constant value at first, but decreased slightly in the last 1/3 stage of the tapping.

5) That is to say, the "A" sampling of daily work was adequate for the most part, because it was taken at the third ladle among seven or eight ladles that were required one tap, however as the types of changes of Si contents of foundry pig varied somewhat each time, it was more trustworthy to take two samples at the second and fourth ladles and analyse the mixed sample of them. As to the open hearth furnace pig, it was safe for consumers to determine the S following the aforesaid sampling.

1. 緒 言

釜石熔銑炉に於いて現在行われている銑鉄分析試料採取方法の妥当性を検討し尙進んで最良の方法を決定すべくこの実験を始めた。

即ち出銑の初めに流出する銑鉄と終りに出るものは、その温度及び成分に若干の相違がある事は認められている。しからば1回の出銑に於ける銑鉄成分を知らんとする為の分析試料は、その回に出銑された全部の銑鉄の成

分を最もよく代表するものでなければならない。この事は釜石の熔銑炉に於ける如く鑄銑機起重機の構造、構内軌条の狭小等の為熔銑取鍋の容量が小さく、1回の出銑に於ける 100t あまりの熔銑が 7~8 本もの取鍋に分散収容されるような場合には特に考えられねばならぬ問題となつて来る。

日常作業に於いては出銑時炉前で採取する試料を A サ

* 富士製鐵 K.K. 釜石製鐵所製銑部

ンプル、鑄鉄時鑄鉄機に於いて採取する試料をBサンプルと呼び、Aサンプルにて混鉄炉送り熔鉄の号種を決定し、Bサンプルにて外販用型鉄の号種を決定している。尙分析する試料はA、B各1個宛である。試料は成分的に最も妥当性のあるべき事は勿論、実際の作業面に於いてその採取に無理や無駄の無い事を要する。例えばBサンプルは鑄鉄時でなければ採取出来ぬ為事故その他の理由で鑄鉄作業が遅れているような場合には前回出鉄の分を鑄鉄し終るのを待つて採取せねばならず、相当時間分析が遅れ従つて号種の決定即ち型鉄卸し場の決定がおそくなり、型鉄台車の循環が不円滑になつて更に鑄鉄作業が遅れるという悪循環をくり返し遂には減産に至る事さえある。この事はA、B両サンプル間に分析値の相違が認められぬ事さえ立証されれば、Bサンプル即ち鑄鉄機に於いて採取する試料は必要がなくなるわけである。又若しAサンプルのみを採る事になれば、出鉄中どの時期に採取するのが最も妥当であるかという問題も当然生じて来る。

要するにこの実験は實際作業の現状に則した、しかも成分的に最も妥当性のある分析試料採取方法を確立してより高い市場の信用を獲得し、且つ熔鉄炉操業上の観点からは、信頼性のある成分の情報を迅速に得ようとする為のもので、特にSi、S、Mnの3成分につき解析を試みた。

II. 試料の採取

前述の目的に対し次のように試料を採取した。即ち或る出鉄に於いて順次鋼に熔鉄が満たされてゆくに従い各鍋容量の半量に達した時に、当該鋼行き熔鉄樋の分岐点から試料を汲み同時に光高温計によつて熔鉄温度を測定する。これを鍋の数だけ繰返しAサンプルとする。次にこれ等の鍋が鑄鉄機に於いて鑄鉄される際に各鍋熔鉄の半量が鑄鉄された時、熔鉄の流出口より試料を汲み、鍋の数だけこれを繰返しBサンプルとする。即ち或る出鉄で7本の鍋が使用された場合は、A、B1対のサンプルが7組、合計14個のサンプルが出来ることになる。但し混鉄炉送りの鍋がある場合はその鍋のBサンプルは採れないからそれだけサンプルの数は少くなる。鑄物鉄に対しては第8高炉に於ける8回の出鉄につき、平炉鉄に対しては第10高炉に於ける18回の出鉄につき試料を採取した。その分析結果は第1図及び第2図に示す通りである。尙第2図には18回の実験の内、後述の分散分析に使用した9回の出鉄の分のみを記載した。

III. A、B1対のサンプルに於ける分析値の差の検定

先ず最初の課題であるA、B両サンプルの分析値に相違があるかどうかを知る為、統計的方法により差の平均値の検定を行つた。即ち $d=A-B$ なる d の値が幾つかある場合、A、B間に差がなければ d の平均 \bar{d} が0になるという帰無仮説にもとずいて検定を行う事になる。

$$t = \frac{\bar{d} \times \sqrt{n-1}}{S}$$

なる t の値は自由度 $n-1$ の t 分布をする事より、各成分につき t の値を算出して検定した結果を第1表に示す。ここに

$$S: d \text{ の標準偏差} = \sqrt{d^2 - \bar{d}^2}$$

n : 試料個数

尙鑄物鉄に対しては8回の出鉄に於ける56対の試料につき検定し、平炉鉄に対しては18回の出鉄に於ける27対の試料につき検定した。平炉鉄の場合は直接混鉄炉に送られる部分が多い為、実験の回数が多いにもかかわらず、A、B1対の試料を採取する事が出来た回数は少かつたので、その検定も各出鉄毎に細分する事なく全回を通したもののみにつき検定した。

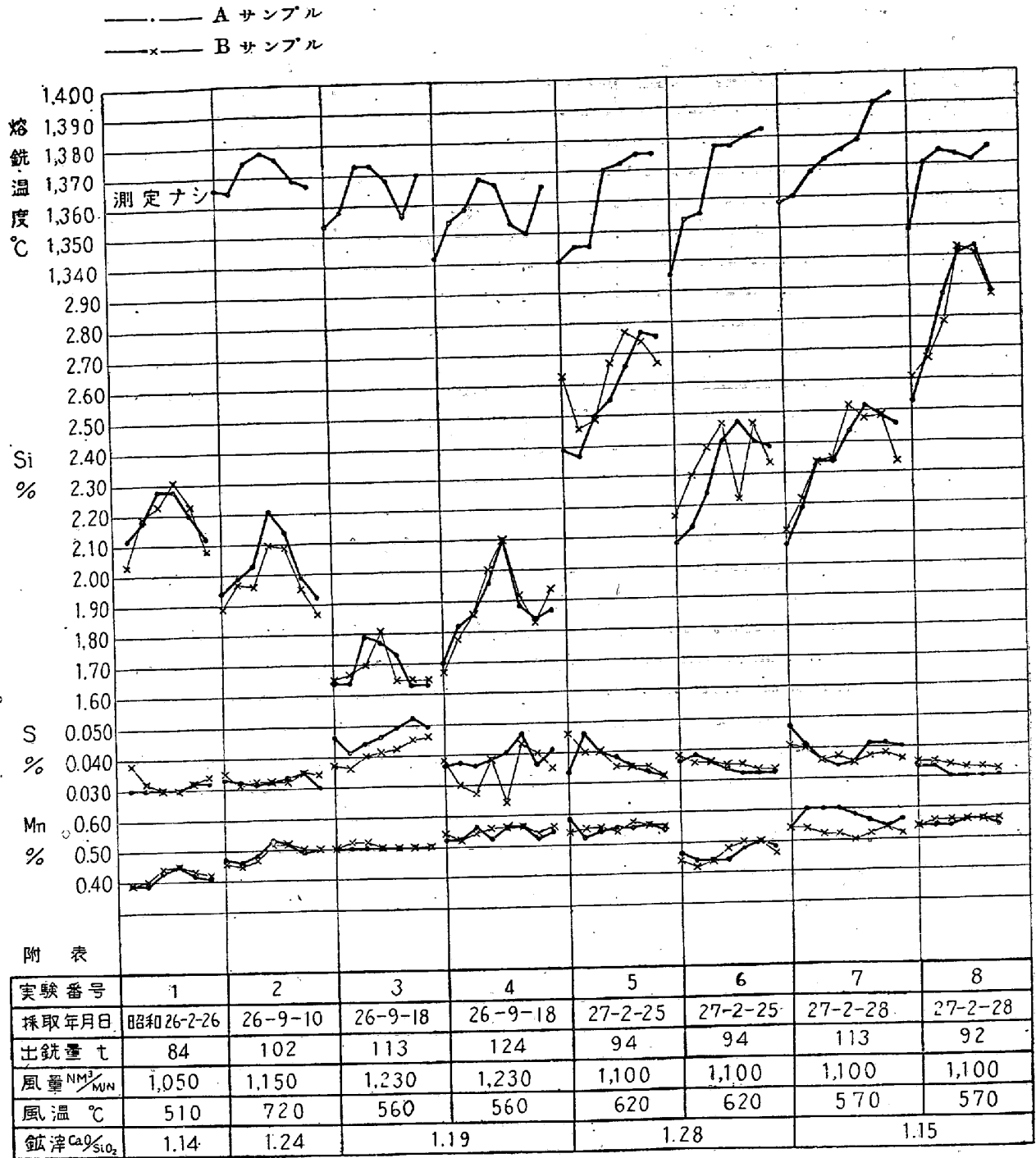
以上の結果よりA、B両サンプルの成分分析値の差については次の事が判つた。

1) 鑄物鉄のSiについては実験2が1%で有意であるが他は有意差なく、全回を通じたものも、やはり有意差は認められない。又平炉鉄のSiに於ても同様で、結局Siに関しては鑄物鉄、平炉鉄共にA、B両サンプル間に分析値の有意差はないと考えられる。

2) 鑄物鉄のSについては実験3が正の値で0.1%、実験8が負の値で0.1%の有意差あり、共に高度な有意差のある事を示しているが、正負全く逆の結果で、全回を通じては有意差は認められない。平炉鉄のSも有意差はない。

3) 鑄物鉄のMnは実験1で負の値で5%、実験7では正の値で1%有意で、逆の結果を示し全回を通じては結局有意差はない。平炉鉄のMnも有意差はない。

結局総合すれば、鑄物鉄、平炉鉄共にA、B両サンプルの分析値間には有意な差が認められぬと判断してよいと思われる。



第 1 圖

IV. 鍋順及び各出銑間の2重項に対する分散分析

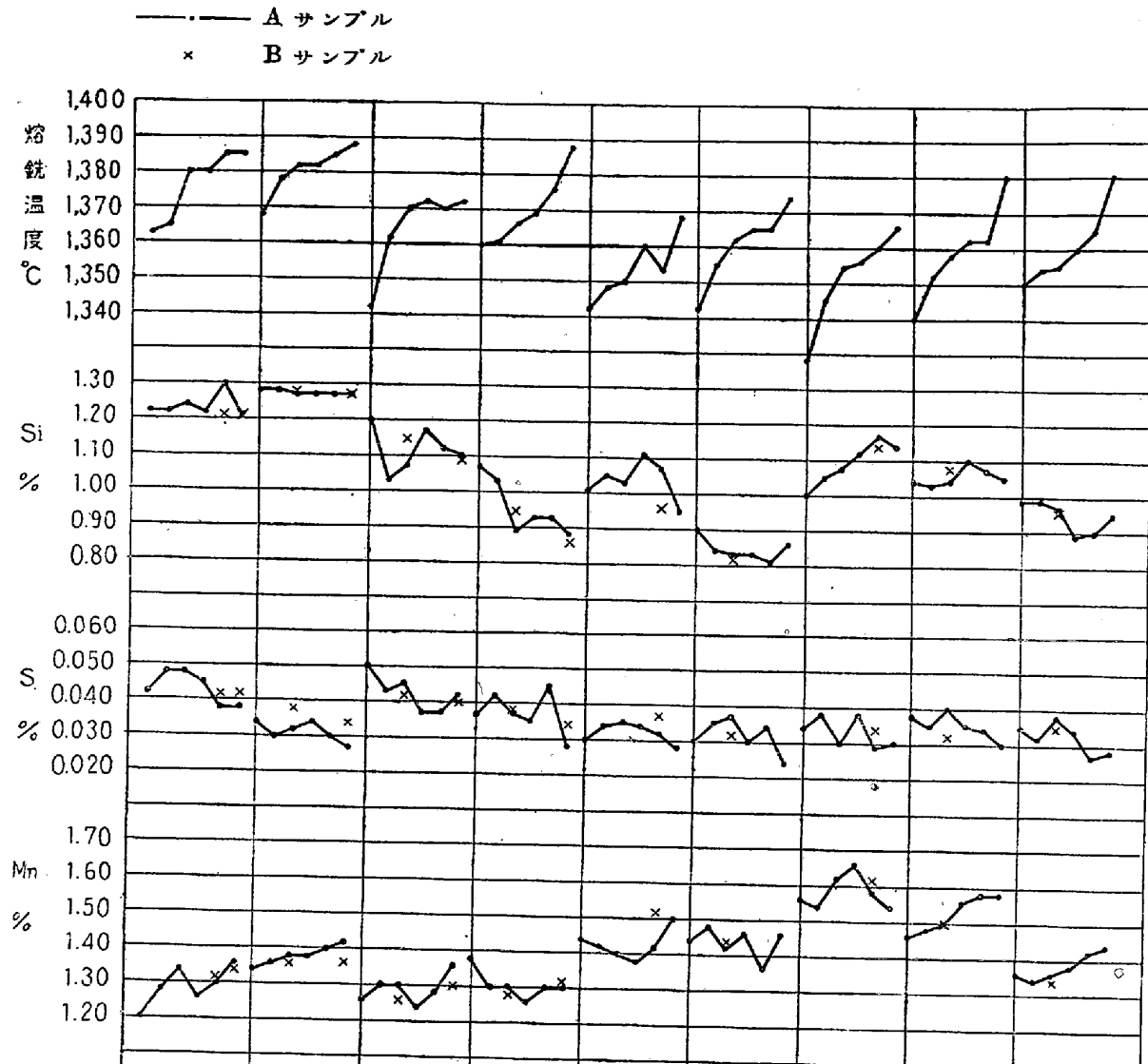
次に各成分の分析値が出銑の進行するにつれて変化するかどうか、即ちサンプルを汲む時期により成分の分析値が考慮に値するだけの変化を示すかどうかを知る為、各鍋間及び各出銑間の2重項に対する分散分析を行った。

この事は、各分析値のもつバラツキの中には (a) 1

回の出銑に於ける各鍋毎の成分のバラツキ、(b) 異なる出銑間に於けるバラツキ、(c) その他種々の誤差等による残りのバラツキ、の3つがあると考え、(c) のバラツキに対し (a)、(b) のバラツキが有意であるかどうかを統計的に検討することになる。

1) 鑄物銑の場合

鍋数は実験により6本、7本、8本とまちまちであるが7本の時が最も多く、8本の時即ち実験4及び、7に於いては8本とはいえず、最後の鍋はいずれも約半量しか



附 表

実験番号	1	2	3	5	9	11	12	15	18
採取年月日	昭和28-3-17	28-3-17	28-3-17	28-3-17	28-3-18	28-3-18	28-3-18	28-3-19	28-3-19
出銑量 t	108	112	125	131	148	152	152	133	119
風量 NM ² /MIN	1,250	1,250	1,280	1,280	1,280	1,280	1,280	1,280	1,280
風温 °C	500	470	440	490	470	490	510	510	490
銑滓 % _{S₂O₃}	1.18		1.18	1.16	1.26	1.20		1.30	1.18

第 2 圖

熔銑が入らなかった為、8本目のデータを除き7本として取扱った。実験1及び8の2回は6本であり、欠測値を推定して採用することは、実験の性質上好ましくないと考え、結局実験2, 3, 4, 5, 6, 7の6回について分散分析を行った。その結果は第2表に示す通りである。

以上の結果より、各成分の分析値が各出銑毎に変化する程度はいずれも1%で有意となる事がわかる。この事は至極当然の事であつて、問題とはならない。ところでSiについては鋼順による分析値の変化が1%の有意水

準を示している。その他の成分は鋼毎に有意なバラツキは示されていない。即ちS, Mnの分析値は、ある出銑に於いて、何本目の鍋でサンプルを採つても残りのバラツキに対し有意な変化がないことになる。

そこで、サンプルを採る時期により分析値が考慮に値するだけの変化をすると判定されたSiについて更に検討してみよう。Siについての分散分析の原表は第3表であつて、この表の縦の値の総和Tに着目すると、出銑の始めはSi低く次第に上昇し、又下降する様子がわかるが

第1表 各成分 A-B=d の平均値の検定

成分	銑種別	実験番號	Σd	Σd^2	試料個數 n	自由度 f	t	
Si% × 100	鑄物銑	1	11	141	6	5	0.913	
		2	39	265	7	6	5.227**	
		3	5	179	7	6	0.349	
		4	-8	116	8	7	-0.721	
		5	-43	1013	7	6	-1.455	
		6	-23	1317	7	6	-0.605	
		7	-1	259	8	7	-0.058	
		8	4	158	6	5	0.293	
		全回		-16	3448	56	55	-0.271
		平爐銑	全回	-25	589	27	26	-1.032
S% × 1000	鑄物銑	1	-10	76	6	5	-1.187	
		2	-5	23	7	6	-1.047	
		3	40	254	7	6	7.327***	
		4	35	451	8	7	1.898	
		5	-6	218	7	6	-0.381	
		6	-7	23	7	6	-1.622	
		7	15	87	8	7	1.831	
		8	-16	46	6	5	-8.058***	
		全回		46	1178	56	55	1.510
		平爐銑	全回	-17	579	27	26	-0.700
Mn% × 100	鑄物銑	1	-4	4	6	5	-3.172*	
		2	3	5	7	6	1.440	
		3	-4	8	7	6	-0.155	
		4	-8	32	8	7	-1.529	
		5	-2	32	7	6	-0.330	
		6	0	32	7	6	0.000	
		7	38	260	8	7	3.990**	
		8	-6	12	6	5	-2.236	
		全回		-17	385	56	55	0.868
		平爐銑	全回	28	608	27	26	1.142

第2表 分散分析表(鑄物銑)

成分	要因	記號	平方和 ss	自由度 f	不偏分散 V	分散比 F ₀	F 0.05	F 0.01
(Si%-2.00) × 100	鍋出殘合	間	3,915.344	6	652.56	7.43**	2.42	3.47
		計	37,485.156	5	7,497.03	85.36	2.53	3.70
			2,634.987	30	87.83			
			44,035.487	41				
(S%-0.040) × 1000		C	55.282	6	9.21	1.09	2.42	3.47
		R	888.495	5	177.70	25.63**	2.53	3.70
		E	433.005	30	14.43			
		O	1,376.782	41				
(Mn%-0.50) × 100		C	30.283	6	5.05	0.64	2.42	3.47
		R	591.925	5	118.39	12.31**	2.53	3.70
		E	138.575	30	4.62			
		O	760.783	41				

これを更に検定する為次の方法を用いる。即ち各Tの値の差が $\geq \sqrt{2n\sigma_e^2 F_0(0.05)}$ なら5%の有意差があると判定するのである。

ここで σ_e^2 は誤差項の不偏分散、 $F_0(0.05)$ は自由度(1, ϕ_e) なる F の5%の値である。尚 ϕ_e は誤差項の自由度。

今 $n = 6$ $\sigma_e^2 = 87.83$ (第2表より)

$\phi_e = 30$ $F_{30}^1(0.05) = 4.17$

即ち $\sqrt{2n\sigma_e^2 F_0(0.05)} = \sqrt{2 \times 6 \times 87.83 \times 4.17}$
 $= 66.29 \approx 67$ (切上)

今 $T_5 - T_7 = 51 < 67$

$$T_3 > T_2 > T_1 \text{ で } T_5 - T_3 = 78 > 67$$

$$T_5 > T_4 > T_6 > T_7 > T_3 \text{ で } T_3 - T_1 = 94 > 67$$

$$T_5 > T_4 > T_6 > T_7 \text{ で } T_7 - T_2 = 89 > 67$$

以上より、出銑の始めは Si は相当低く次第に上昇して 5 本目で最高となり又再び下降するが、その下降の程度はさほど大きなものでない事が検定された。尚 T の平均値は 82 で 3 本目が最もこれに近い事もわかる。

第 3 表 鑄物銑 Si 分散分析原表
(Si% - 2.00) × 100

鋼順 實驗 番號	1	2	3	4	5	6	7
2	-6	-1	3	21	14	-1	-8
3	-36	-36	-21	-23	-23	-37	-37
4	-30	-18	-14	-4	10	-12	-16
5	39	37	50	55	66	77	76
6	8	13	24	41	47	41	39
7	7	19	34	34	44	52	49
合計 (T)	T ₁ -18	T ₂ 14	T ₃ 76	T ₄ 124	T ₅ 154	T ₆ 120	T ₇ 103

但し以上の事は全回を通じた Si の変化の様子であるが、個々の出銑に於いてはその変動の型が若干の相違を示している事は第 1 圖より判るが、これが熔銑温度の変化と極めて相似の型である事は注目に値する。

2) 平炉銑の場合

平炉銑の場合は混銑炉送りの鋼と鑄銑機送りの鋼は容量が稍異なる。即ち前者は 20~23t, 後者は 15~20t である為試料採取の間隔は若干異つて来るが、一応等間隔として扱ふ事にし、又 18 回の各出銑の内出銑量が毎回変動する為収容鋼数は一定しておらず、鋼 3 本の出銑は 2 回、5 本が 3 回、6 本が 9 回、7 本が 1 回、8 本の場合が 3 回、計 18 回であるがこの内 3 本の場合はあまり鋼数が少く、出銑中の成分の変動を見るには不適當であ

第 4 表 分散分析表 (平爐銑)

成分	要因	記號	平方和 ss	自由度 f	不偏分散 V	分散比 F ₀	F 0.05	F 0.01
(Si% - 1.00) × 100	鋼出銑 間 残 合 計	C	87.71	5	17.54	0.71 45.58**	2.45 2.18	3.51 2.99
		R	9,031.82	8	1,128.98			
		E	990.62	40	24.77			
		O	10,110.15	53				
(S% - 0.030) × 1000		C	343.04	5	68.61	5.73* 10.67**	2.45 2.18	3.51 2.99
		R	1,013.04	8	126.63			
		E	474.96	40	11.87			
		O	1,831.04	53				
(Mn% - 1.40) × 100		C	182.59	5	36.52	2.10 36.76**	2.45 2.18	3.51 2.99
		R	5,114.37	8	639.30			
		E	695.41	40	17.39			
		O	5,992.37	53				

り、又 5 本、7 本、8 本の場合は回数が少いためこれ等を除き 6 本の場合 (実験番号 1, 2, 3, 5, 9, 11, 12, 15, 18) のみにつ分散分析を行つた。

その結果は第 4 表に示す通りである。

各成分共出銑間のバラツキは何れも 1% で有意である事は鑄物銑の場合と同様で、当然の事と考えられ、問題はない。又鋼間のバラツキは S が 1% で有意であるが Si Mn 共有意ではない。

ここで S の変動につき更に検討してみる。S に関する分散分析の原表を第 5 表に示す。ここで前述と同様に $\sqrt{2n\sigma_e^2 F_0(0.05)}$ を計算する。

$$\text{今 } n=9 \quad \sigma_e^2=11.87 \text{ (第 4 表より)} \quad F_{30}(0.05)=4.08$$

$$\text{故に } \sqrt{2n\sigma_e^2 F_0(0.05)} = \sqrt{2 \times 9 \times 11.87 \times 4.08}$$

$$= 29.5 \doteq 30 \text{ (切上)}$$

$T_3 > T_2 > T_1 > T_4$ であるが $T_3 - T_4 = 20 < 30$ となり、 T_1 から T_4 までは有意差ありとは言えない。

$T_2 - T_5 = 31 > 30$ となり T_5 は T_3, T_2 に対し有意差あり、

$T_5 - T_6 = 31 > 30$ となり T_6 は $T_1 \sim T_5$ に対し有意差あり、

即ち S は始めの内は殆んど変化しないが 5 本目で若干低下し、6 本目では更に低下する事がわかる。

V. 結 言

以上の実験より知り得た事は

1) 鑄物銑、平炉銑共 A, B 両サンプルの分析値間には統計的に考え、差が無いと見てよい。

2) 鑄物銑の Si, 平炉銑の S 以外の成分については、どの鋼でサンプルを採つても分析値に有意な変動はないと考えてよい。

3) 鑄物銑の Si は始め低く次第に上昇、全出銑量の

第5表 平爐銑S分散分析原表
(S% - 0.030) × 1,000

鍋順 実験 番號	1	2	3	4	5	6
1	12	18	18	15	8	8
2	4	0	2	4	0	-3
3	20	13	15	7	7	12
5	7	12	7	5	15	-2
9	0	4	5	4	2	-2
11	0	5	7	0	4	-6
12	4	8	0	8	-1	0
15	8	5	10	5	4	0
18	5	2	8	4	-3	-2
合計(T)	T ₁₆₀	T ₂₆₇	T ₃₇₂	T ₄₅₂	T ₅₃₆	T ₆₅

3/7 附近で平均値に近すぎ、更に上昇を続け 5/7 附近で最高となり、終期に若干低下する傾向がある。

4) 平爐銑の S は全出銑量の 2/3 附近までは殆ど変化はないがそれ以後低下を示し殊に最後の 1/6 で低下する傾向がある。

鑄物銑と平爐銑と異なる処は、前者では Si の鍋間の変動は有意と出て、しかもその変動の様子は熔銑温度の変化と極めてよく一致してたが平爐銑ではそのような結果が出ない。又 S については鑄物銑の場合鍋間の有意差は認められぬが平爐銑では有意差があるという事である。但し Mn については両者同様の結果を得ている。何故 Si の変動が鑄物銑では或る一定の傾向を示し、平爐銑では示さぬか、又一方 S についても平爐銑の場合のみ出銑の終期に低下するかという問題は更に検討を要するであろう。

この実験で鑄物銑のサンプリングは第 8 高炉で行い、平爐銑のサンプリングは第 10 高炉で行つた為、実験高炉の差、即ち炉床浸蝕状況、出銑孔レベルの差の影響、又平爐銑の Si% の絶対値が鑄物銑より低い事、或いは又高炉操業の種々の要因の差等がこれ等の結果を大きく支配しているかどうか等は更に冶金学的方面から充分に検討する事が必要であるかも知れない。しかし以上の工場実験の結果から比較的合理的な、しかも作業の現状によく合つた熔銑サンプリングの方法を決定する事は可能

である。但しここで考慮して置かねばならぬことは、次に述べるサンプリング方法決定の基礎となつた実験結果は、現在当工場で行われている作業から導かれたものであること、換言すれば現在の熔銑の汲取り方、試料調整のやり方、分析工の技倆等から生ずる誤差、バラツキを全部総合したもつから生まれた結論であるということである。

さてそのサンプリング方法とは

1) B サンプルは廃止して A サンプルのみとする。

これは鑄物銑、平爐銑共 A、B 間に有意差ありとは言えぬという一致した結論が出ているから問題はないと考えられ、又どちらか一方を撰ぶとすれば出銑時選択的にしかも時間的遅れ無しに採取出来る A サンプルを撰ぶべきは当然である。

2) 1 回の出銑に於いてサンプルを採取する時期は、全出銑量の約 3/7 の個所とする。

これは鑄物銑の場合 Si の変動が約 3/7 の所で Si の平均値に最も近接するという結論から導かれている。しかし Si 変動の型は毎回稍異なる為、2/7 の個所で採つたものと 4/7 の個所で採つたものの混合試料を採用すれば更によいと考えられる。平爐銑の場合には Si の変動に一定の傾向が見られない為、Si に関しては試料採取をこの時期に限定しても大きな支障はないと考えられる。又一方 S に関しては、鑄物銑の場合には一定の傾向が認められず、平爐銑の場合にのみ終期に若干低下する(約 0.005%) から 3/7 の個所でサンプリングを行えば、平爐銑の場合需要家にとっては安全側にある事となる。

結局上述のようなサンプリングを行ふ事により、B サンプル廃止に伴う分析の時間的短縮、(分析結果報告まで少くとも 40min は短縮される) 工数の減少は勿論、これにより高炉操業者に迅速且信頼性ある分析値の情報を与え、刻々変化する炉況に対し速かに処置をとらせる事となり、より良質の銑鉄を吹製することが出来、需要家によつても平爐銑の場合は検定分析の分析値より若干低 S の銑鉄を得る事が出来るわけである。

(昭和28年11月寄稿)