

討40 オンライン自動分析技術とその問題点

住友金属工業(株) 中央技術研究所

理博○藤野 允克, 松本 義朗

1. 緒言

オンライン分析技術の定義については、かなり広範囲であり、便宜上使われている言葉であるので、本討論において、対象とする内容を機能的な分類を行って見る。すなわちオンライン分析の必ず持っている意図としては、鉄鋼生産上の生産管理に用いる目的で、その操業のコントロールに十分な対処時間にて回答し得る分析であると考え、その内容の例としてはオリジナルな例を示せば

- (1) 完全無人化、完全連続分析を行う機能を有するもの(計測機器としての分析技術の応用)
高炉ガス分析, メッキ厚・組成分析・メッキ液分析計
- (2) 在来の確立した分析装置の無人化による迅速分析
全自動発光分光分析, 冷延鋼板用自動C, N分析計
- (3) 在来の確立した分析装置の製造現場への導入による人手による迅速分析
表面処理用グリムグロー発光分析, 表面処理用蛍光X線分析
- (4) 生産管理上の要求により、分析技術を応用した装置
異材分析, 溶鋼直接分析, 炉内ガス分析計

となる。

これらの採用については会社の事情によって大きく事情が異なることもオンライン分析の特徴であるが、当社の事情としての要因の一つには、設置場所により装置管理が所属工場となり、24時間操業に対処する分析技術者の配置は行えず、且つ増員を行わない前提で装置を開発することを挙げねばならない。このような事情のもとに開発された上記の装置にはそれぞれ異った意図と問題点があり、実例を示した上で、共通して考えられる問題点を抽出し、今後のオンライン分析の完全自動化を計る上の参考となることを期待している。

2. オンライン分析計の実施例

オンライン分析装置の開発に際しては同じ目的のもの進歩としては事例が少く、系統的な研究・開発を行ってはいないので、上記の例を経時的に示し、その原理上、設備上、用途上、保守上の利点、問題点等を簡約してTable 1に示す。また代表的な装置のブロック図およびその性能をFig.1~10に示す。

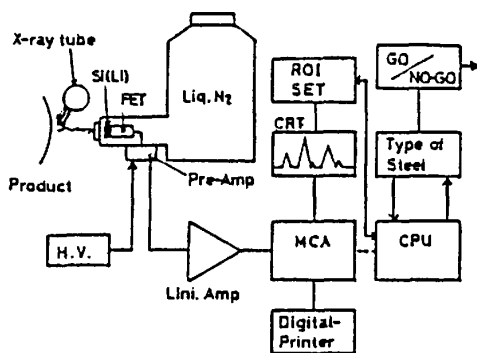


Fig. 1 Block diagram of solid state X-ray fluorescence analyzer. (No 1)

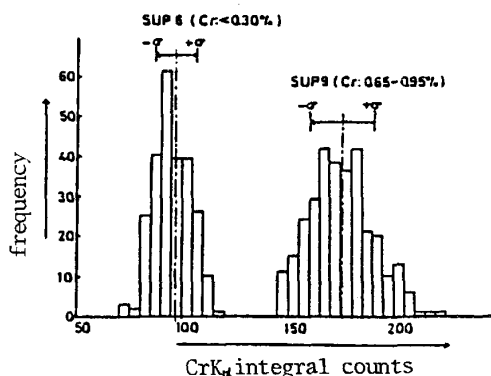


Fig. 2 Histogram of CrK α X-ray intensity of hot steel plates. Analysis is hot rolling line (No 1)

Table 1 Development of On-line Analysis

No.	Instrument	Principle	Feature	Problems	Literature
1	Identification of Type of steel (1970) [ORTEC]	XRF using EDS (Si(Li))	1. Rapid analysis 2. Multi element analysis 3. Compact 4. Conditioning-free	1. Low accuracy 2. Limitation of counting rate 3. Maintenance trouble	1), 2)
2	X-ray Analyzer for surface treatment sheet (1974) [Rigaku/Seiko]	XRF/XRD using EDS (Si(Li))	1. Simultaneous analysis of XRF and XRD 2. Coupon sample	1. Bending of coupon 2. Atmosphere trouble (HCl) 3. Disagreements among the makers	3)
3	BF Gas Analyzer (1975) [Hokushin]	GC	1. Improvement of N ₂ detection limit (0.5% ~ 0.1%) 2. Automatic calibration	1. No response for the inquiry 2. Necessary to give Know-How	
4	Atmosphere Gas Analyzer for Cold-Rolled Sheet Annealing (1977) [Shimadzu]	GC Hygrometer	1. Automatic sequential analysis of H ₂ , N ₂ , CH ₄ , CO, C ₂ H ₆ , CO ₂ , C ₂ H ₂ , H ₂ O	1. Trouble for sampling system 2. Incompletion as automatic analyzer	4), 5) 6)
5	Fully automatic Emission Spectrochemical Analyzer (1978) [Shimadzu]	Spark-source Quantovac.	1. Automatic sample treatment and analysis 2. Total analyzing time within 1 min.	1. Negotiation for developments (including cost) 2. Sample treatment system	7)
6	Thickness-Composition Analyzer for Alloyed Electroplating sheet (1979) (1983) [Seiko] [Rigaku]	XRF using non-dispersive detector	1. Ni-Zn, Fe-Zn, Zn plating 2. Out-put for automatic control	1. Necessary to give Know-How 2. Different thought between maker and user	8), 9)
7	On line plating bath concentration analyzer (1979) [Seiko]	XRF using EDS (Si(Li))	1. Continuous analysis of Zn, Ni, Fe, S in solution	1. Sampling system (removal of bubble and solidity)	10), 11)
8	Automatic C, N analyzer for Cold Rolled Sheet	Combustion and fusion extraction method	1. Operation by a robot 2. State analysis of C (hydrocarbon, graphite amorphous carbon and solid solution) 3. No cleansing	1. No response from gas analyzer maker 2. Ignorance for material of instrument	12)
9	Grimm-Glow Discharge Spectrochemical Analyzer (1983) [Seiko]	GDS	1. Composition and depth profile of alloy plating 2. Ordinary analysis instrument	1. Insufficiency of fundamental data 2. Difficulties for operation	13)

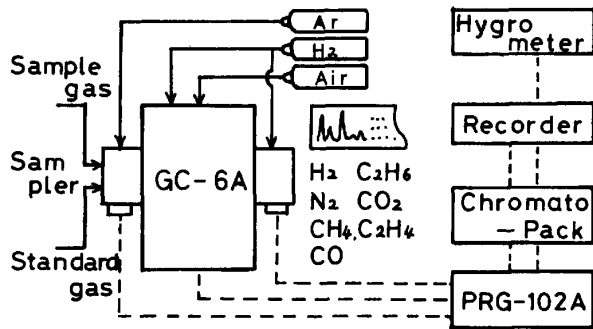


Fig. 3 BF Gas Analyzer. (No 4)

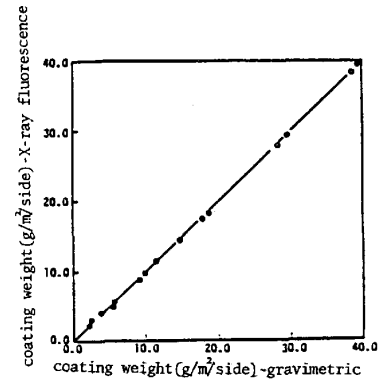


Fig. 7 Comparison of coating weight obtained by X-ray fluorescence and gravimetric method. (No 6)

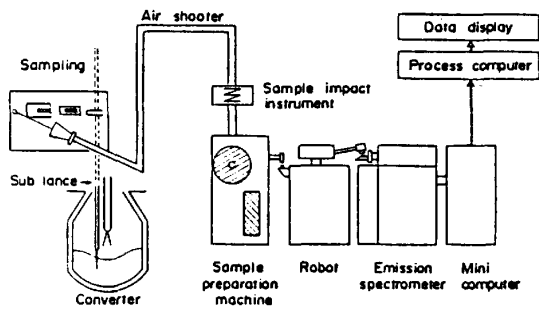


Fig. 4 Analytical system for converter operation. (No 5)

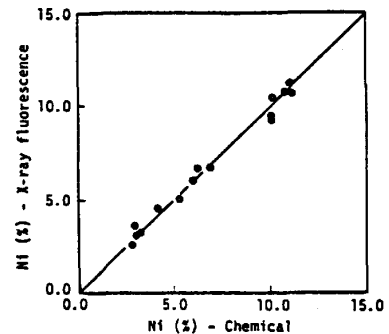


Fig. 8 Comparison of Ni content of films obtained by X-ray fluorescence and chemical analysis method. (No 6)

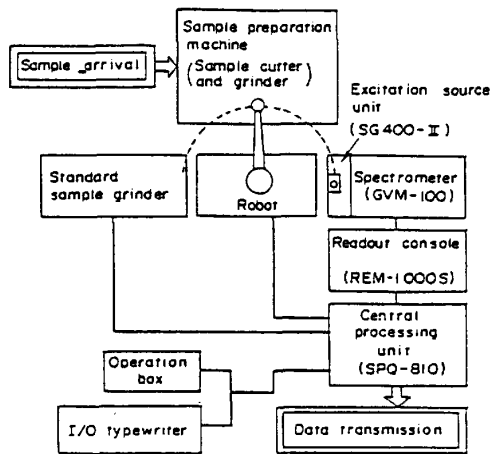


Fig. 5 Configuration of fully automatic emission spectro-chemical analyzer. (No 5)

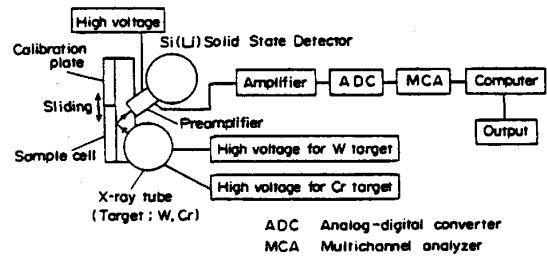


Fig. 9 Schematic diagram of fluorescent X-ray analyzer (No 7)

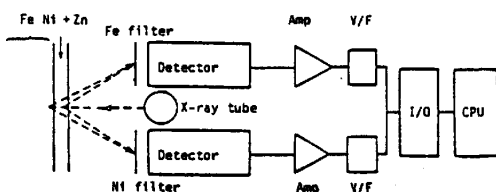


Fig. 6 Schematic diagram of X-ray fluorescence measurement. (No 6)

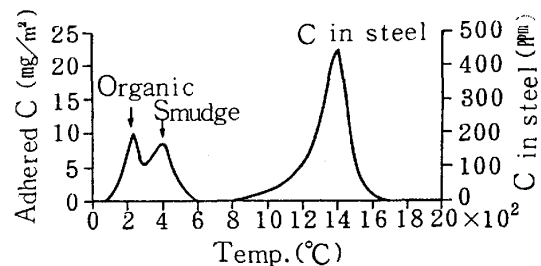


Fig. 10 Oxidized Carbon vs Temperature. (No 8)

3. オンライン分析装置開発における問題点

- (1) 計測設備としての開発が完了している装置（ガスクロ、メッキ厚計）については改良に対してメーカーが極めて消極的であり、基本実験データによる説得に時間、労力が多く要する。
 - (2) 分析設備として完成されているものでは人手をかけても精度を維持する思想であるため、無人化に対しては予想以上の困難があり、メーカーの不安感が強い。
 - (3) オンライン分析に必要な精度・所要時間については管理サイドと分析サイドで十分に納得・確認を行なう必要がある。
 - (4) 用途が異なるので、それぞれのサンプリングシステムが必要であるが、分析装置とサンプリング装置とのメーカーが異なる場合が多く、また鉄鋼用のサンプリング装置は不完全なものが多い。
- 今後のオンライン自動分析計の開発思想を次に示す。

- (1) 基本技術を十分に得ること
- (2) 在来設備の活用のために要求を想定した自動化技術の基本システムを準備すること
- (3) オンライン分析の要求を予測できる、或いは推奨できる知識を分析サイドで持つこと

4. 結 言

住友金属におけるオンライン分析事例を紹介し、その事例を通じての問題点を整理し今後の方針を提案した。

今後の方針としては装置を製作するために分析技術サイドで心掛けることは次の通りである。

- (1) 分析試料のサンプリング、調製を含めて基本技術を十分に得ること
- (2) 使用中の在来設備の活用のために自動化を想定して基本システムを準備すること
- (3) オンライン分析の要求を十分予測できる知識を有すること

文 献

- 1) 白岩俊男, 藤野允克, 小田泰雄, 山中和夫: 鉄と鋼, 60 (1974), p. 1910
- 2) T. Shiraiwa and N. Fujino: Advances in x-ray Analysis, 19 (1976), p. 239
- 3) 藤野允克, 松本義朗: X線分析の進歩, 15 (1984), p. 223
- 4) 高橋政司, 西原実, 藤野允克, 鉄と鋼, 64 (1978) A. 167
- 5) 藤野允克, 猪熊康夫, 稲永昭二: 鉄と鋼, 64 (1978) S 365
- 6) 松田行雄, 田中茂, 川崎弘, 藤野允克, 森野久和, 向窪順生: 鉄と鋼, 70 (1970) S 1057
- 7) 藤野允克, 松本義朗, 吉原正任, 樽井基二, 福井勲, 今村直樹, 平野隆英: 鉄と鋼, 68 (1982) p. 2585
- 8) 藤野允克, 松本義朗, 渋谷敦義: 鉄と鋼, 65 (1979) S 991
- 9) 藤野允克, 松本 朗, 渋谷敦義, 中原秀翼, 中瀬郁夫, 小泉明宏: 鉄と鋼, 70 (1984), p. 128
- 10) 藤野允克, 松本義朗, 渋谷敦義, 中瀬郁夫, 西村豊秋, 小泉明宏: 鉄と鋼, 67 (1981) S 978
- 11) 藤野允克, 松本義朗, 渋谷敦義, 中原秀翼, 中瀬郁夫, 小泉明宏: 鉄と鋼, 69 (1983) p. 1510
- 12) 藤野允克, 小園弘己, 吉田寛爾, 中村敏夫, 吉井達雄, 稲永昭二: 鉄と鋼, 70 (1984) S 289
- 13) 藤野允克, 松本義朗, 土屋伸一: 鉄と鋼, 70 (1984), S 1045