

## 鋼分析の全自動化システム

© 1988 ISIJ

技術報告

佐藤 重臣\*・吉岡 豊\*・石橋 耀一\*

## Fully Automatic Analysis System of Steel Works

Shigeomi SATOU, Yutaka YOSHIOKA and Youichi ISHIBASHI

## Synopsis :

The analysis of steel composition for production control has been requiring time and labor-saving, in the case of the continuous casting process. A fully automatic emission 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 was fully automatic from sampling of molten steel, reception of samples at the laboratory to transmission of analytical values. The most suitable condition for automatic analysis was established.

**Key words :** production control ; emission spectrochemical analyzing ; automatic analyzing system ; automatic sampling system.

## 1. 緒 言

鉄鋼操業管理のために行われる鉄鋼成分分析の所要時間は、発光分光分析における高速度発光装置の開発<sup>1)2)</sup>、あるいは試料調製作業の自動化などにより大幅に短縮されてきた。しかし最近鉄鋼製造プロセスの連続化、高速化および製品の高級化が指向されるようになり、これに伴って分析所要時間のよりいつそうの短縮および自動化が要請されている。福山製鉄所では、連続 casting 設備と熱延設備の連続化が行われ、連続 casting 工程における鋼成分分析の時間短縮が必要となった。この要望に対応するため溶鋼サイプリングから分析結果伝送までの鋼分析全自動化システムを実用化した。この結果、直送圧延操業管理のためのリアルタイムな分析が可能になったので、以下にその全自動化システムについて述べる。

## 2. 自動化システムの構成

本システムの構成を Fig. 1 に示す。本システムは①連続 casting 工場における溶鋼のサイプリング装置および試料ナンバー刻印装置、②連続 casting 工場にと分析室間の試料搬送用気送管、③分析室における発光分析と窒素分析に供するための試料調製装置、発光分光分析装置およびデータ伝送装置とから構成される。

## 2.1 鋼試料のサイプリング

鋼試料のサイプリングから気送までのフロー図を

Fig. 2 に示す。連続 casting 用タンディッシュより自動サンプラーでサイプリングされた分析試料は、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砥石により切断される。次に試料はシュートを通って水温 10°C から 20°C に保持された水槽に浸漬され次に切断時にできたかえり部がワイヤーブラシで除去される。最後に刻印機により、6桁の試料番号が刻印される。サイプリング開始から刻印終了までの所要時間は、約 180 s 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 試料調製および分析

試料調製から分析までのフロー図を Fig. 3 に示す。分析室に送られてきた試料は、試料前処理装置に装着される。試料前処理装置に装着された試料は、切断砥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。さらにその上 3 mm の位置を切断して窒素分析に用いる。試料切断時には、試料温度の上昇を防ぐために、水による噴霧冷却が行われる。発光分光分析用試料は、ベルトサンダーによる試料分析面の荒研磨、ワイヤーブラシによる試料切断時に発生するかえり部の除去、そしてベルトサンダーによる仕上げ研磨が順次行われる。その後ロボットアームにより搬送され、搬送中において試料分析面の乾燥および試料表面付着物を除去するために気吹きが行われた後、発光分光分析装置の

昭和 60 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 62 年 4 月 27 日受付 (Received Apr. 27, 1987)

\* 日本鋼管(株) 福山製鉄所 (Fukuyama Works, Nippon Kokan K. K., 1 Kokan-cho Fukuyama 721)

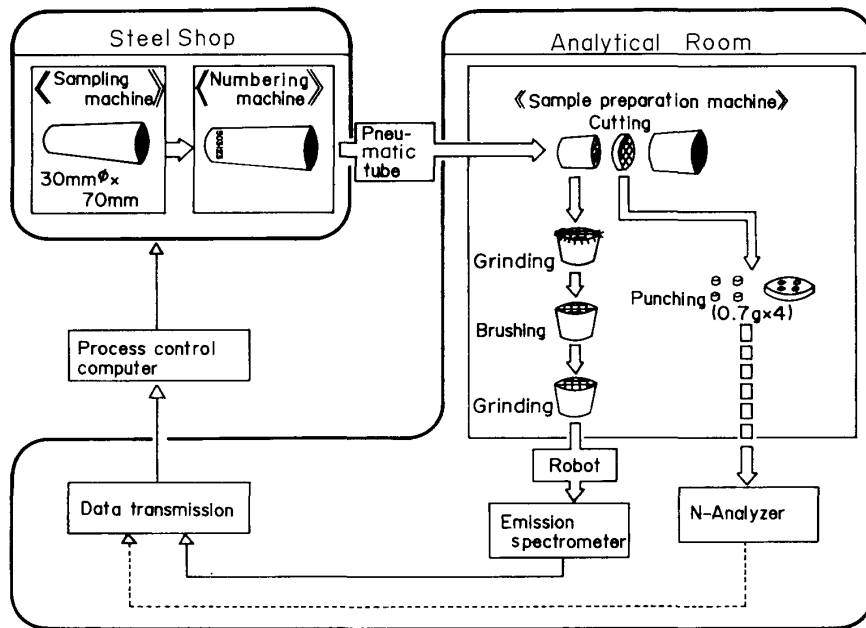


Fig. 1. Flow chart of automatic analysis system.

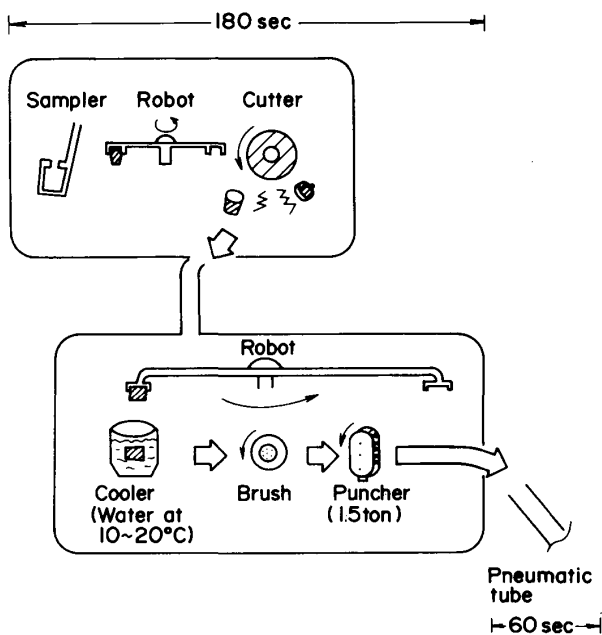


Fig. 2. Configuration of fully automatic analytical system at sampling section.

ターンテーブルに置かれる。試料が切断機に装着されてからターンテーブルに置かれるまでの所要時間は、約70sである。次に試料は、ロボットにより発光分光分析装置の発光台に装着される。発光分光分析装置では、必要に応じ最大4回までの分析位置をかえた平行測定が可能である。分析値は、偏差チェック、規格判定チェックが行われたのち分析値の必要部署へ伝送される。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70sである。一方、薄片に切断された窒素分析用の試料は、吸着装置付ロボットアーム (Fig. 3の Vacuum) でコンベアー上に搬送される。指定された場所まで搬送された試料は、マグネット付ロボットアームにより、打抜きプレス機に装着され1度に4個の試料が打ち抜かれる。打ち抜かれた試料の重量は約0.7gで直径は6mmである。試料が切断機に装着してから打抜き完了までの所要時間は、約80sである。なお、連続製造工場以外で発生する試料について手動操作で装着できる。

### 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。発光分析装置は、(株)島津製作所製で Table 1 にその分析条件を示した。分析装置は 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 (Pulse Height Distribution Analyzer : PDA 法)<sup>3)</sup> 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。

#### 3.1 励起源と分析線

Cの励起源の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結果を Fig. 4 に示す。実験の水準として励起源は、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的なスパーク放電と通常のスパーク放電

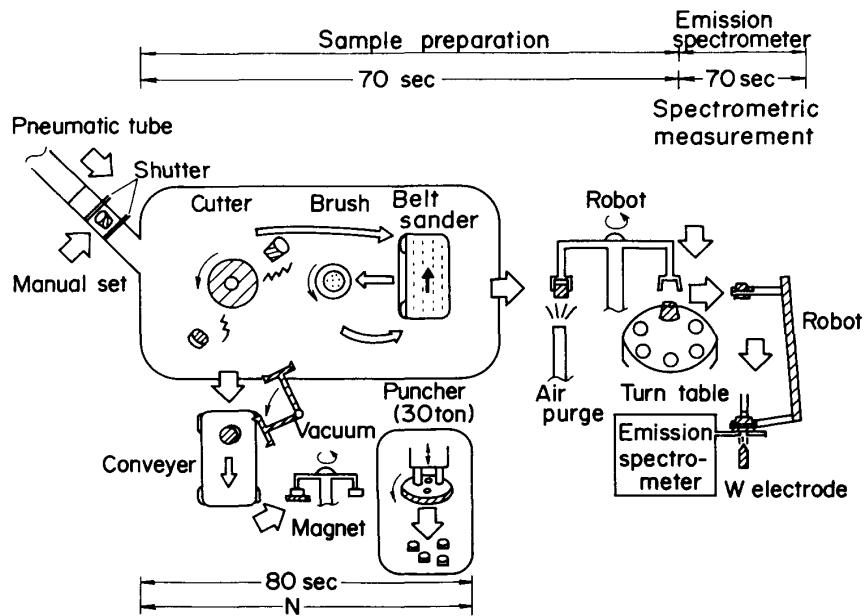


Fig. 3. Configuration of fully automatic analytical system at analytical room.

Table 1. Analytical conditions of emission spectrometer.

Excitation source unit		HPSG-400		
Emission spectrometer		GVM-1000		
Calculating unit		QC-5C (PDA)		
Excitation conditions	Secondary voltage (V)	400		
	C(μF)-H(μH)-R(Ω)	2-150-0, 0.5-10-0	2-10-0	
		[Ark+Spark]	[Spark]	
	Discharge frequency (Hz)	250	350	
	Counter electrode	W φ6mm Cone 30° Gap 5.5mm		
	Ar gas flow rate (ℓ/min)	Preflash	4	
		Discharge	4	
	Discharge time (sec)	Preflash	3	
		Preburn	2.4[Ark+Spark]	6.0[Ark+Spark]
		Integrated	3.6[Ark+Spark]	0.6[Spark]
Analytical lines (nm)	Fe	271.44	287.23	
	C	165.81	193.09	
	Si	212.42		
	Mn	293.31		
	P	178.29		
	S	180.73		
	Cu	327.40		
	Ni	231.60	227.73	
Al	394.40	308.22		

の2水準を用いた。分析線は、165.81 nm と 193.09 nm の2水準について分析精度の比較を行った。なお、供試料は、National Bureau of Standards : NBS の低合金鋼シリーズを用いた。この結果、C濃度が0.1%未満については、励起源はアークライク的なスパーク放電を用い、分析線は 165.8 nm<sup>4)</sup> を用いると良好な分析精度が得られた。また、C濃度が0.3%以上は、励起源とし

てスパーク放電を用い、分析線は 193.09 nm を用いると良好な分析精度が得られた。また Si, Mn, P, S についての実験結果を Fig. 5, 6, 7 および 8 に示す。この結果より発光分光分析における励起源および分析線は、各成分ごと濃度に応じて使い分けた方がよいことがわかった。

### 3.2 分析値へおよぼす試料温度の影響

分析値へおよぼす試料温度の影響について検討を行った。各成分ごとの試料温度の影響について Fig. 9 に示す。この図は、試料温度 30°C を基準としたときの発光強度に対する任意の温度における発光強度の変化率の関係を表している。この結果から、いずれの分析線も試料温度の影響を受けていることがわかる<sup>5)</sup>。分析に供する試料温度は、同一温度水準に保つ必要があることがわかった。次に今回用いた発光分析装置で分析の直前と直後の試料温度の変化について調べた結果を Fig. 10 に示す。この結果、分析前の試料温度が 30°C から 50°C の間で分析を行った時は、分析前の試料温度が 30°C から 50°C の間で分析を行った時は、分析前後での温度変化が小さいことがわかった。この温度内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。この結果より、自動化にあたっては試料の仕上研磨後の研磨面温度を 30°C から 50°C に保つことが、本システムの大きな目標の一つともいえる。そのために切断時の試料の発熱を抑制する必要がある。この対策として切断中の試料に冷却効果の高い噴霧水の吹付冷却方式を採用したことにより、迅速性をそこうことな

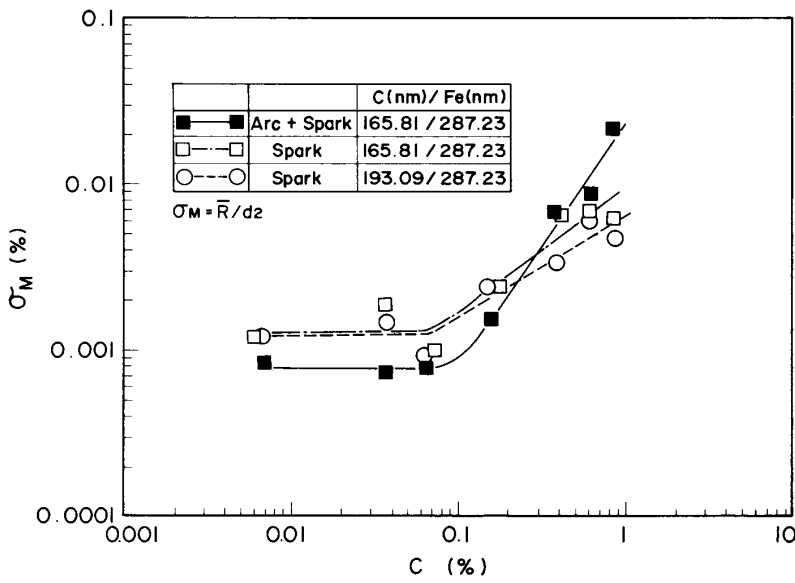


Fig. 4. Effect of discharge energy and analytical lines on repeatability of C determination.

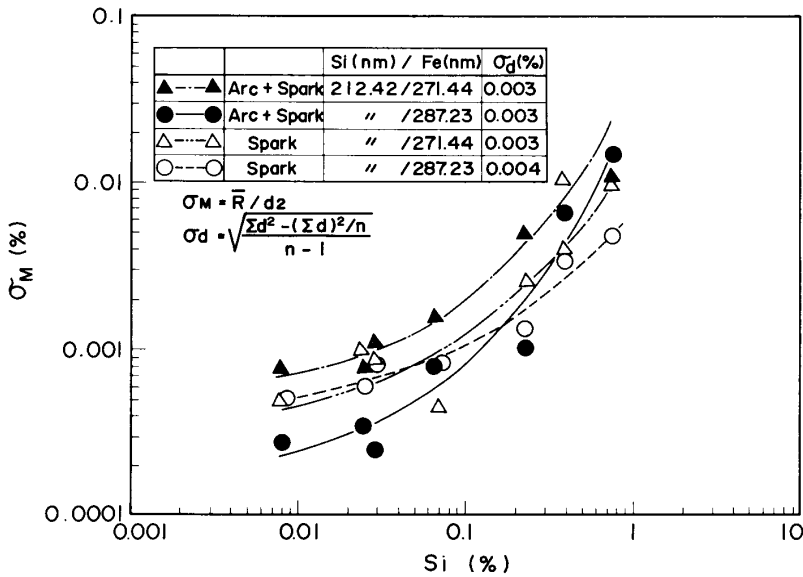


Fig. 5. Effect of discharge energy and analytical lines on repeatability of Si determination.

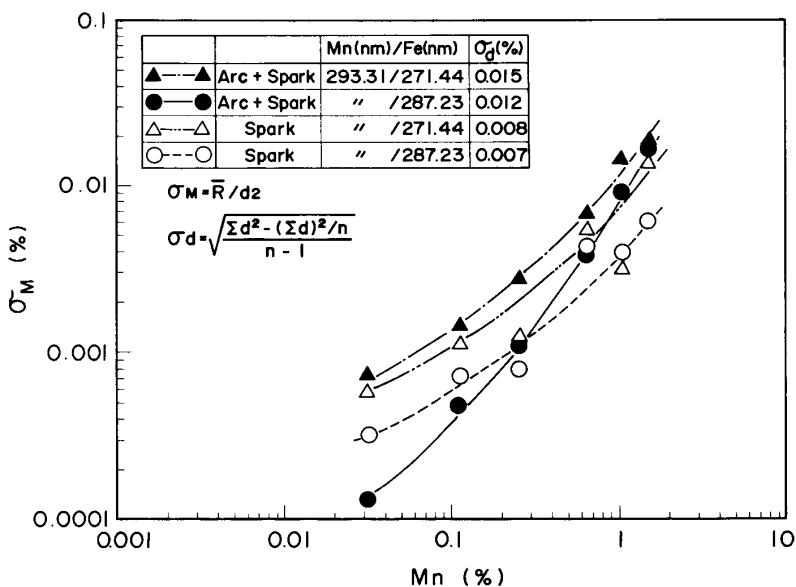


Fig. 6. Effect of discharge energy and analytical lines on repeatability of Mn-determination.

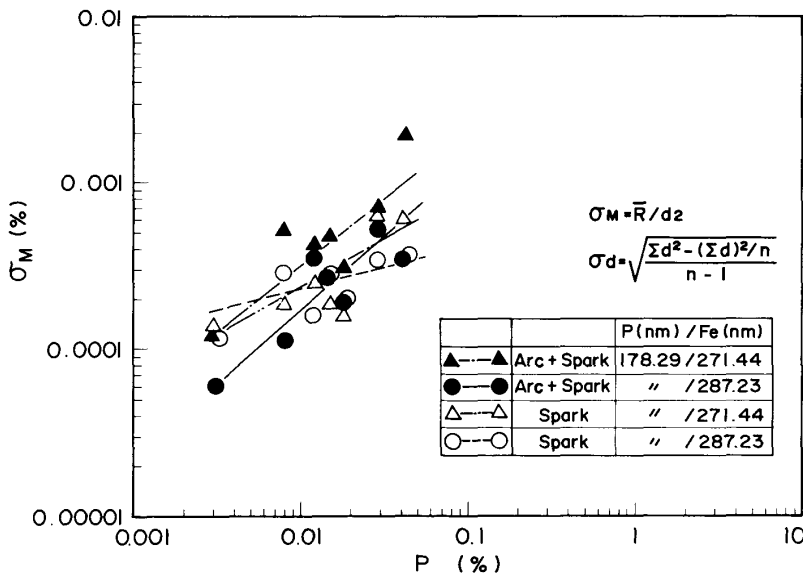


Fig. 7. Effect of discharge energy and analytical lines on repeatability of P-determination.

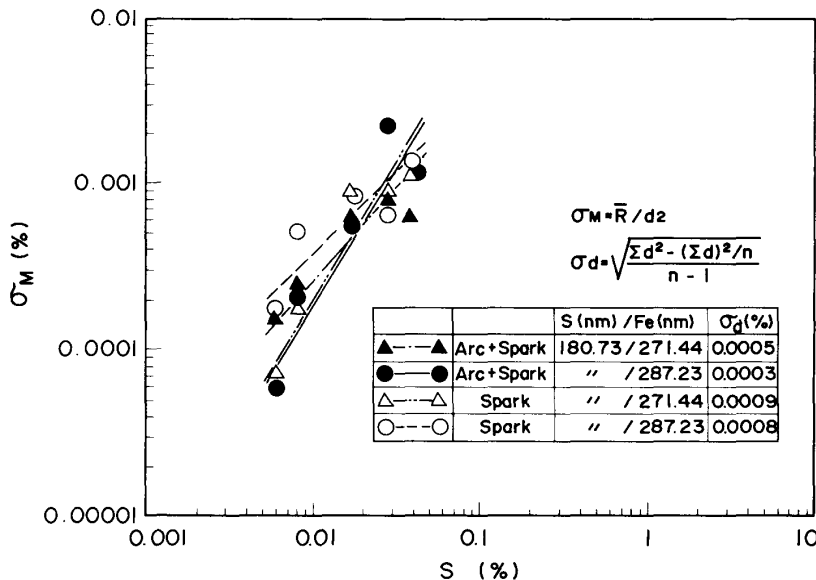


Fig. 8. Effect of discharge energy and analytical lines on repeatability of S-determination.

く、目標の 50°C 附近にコントロールできた。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°C から 55°C の変動があった。

### 3.3 従来法と自動分析法の比較

#### 3.3.1 発光分光分析

工程分析試料にて従来法と自動分析法の C 分析値を比較した結果を Fig. 11 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が認められなかった。また、C 以外の元素についても同様に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。Table 2 は、工程分析試料について従来法と自動分析法の連続分析精度を比較したものである。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、ほぼ同等の精度が

得られた。

#### 3.3.2 N 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抜きによるブロック試料を用いることとした。Fig. 12 は切粉試料をブロック試料の試料形状の違いによる N 分析値の差を比較したものである。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(株)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、Japanese Standards Sample (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 低値を示すことがわかった。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

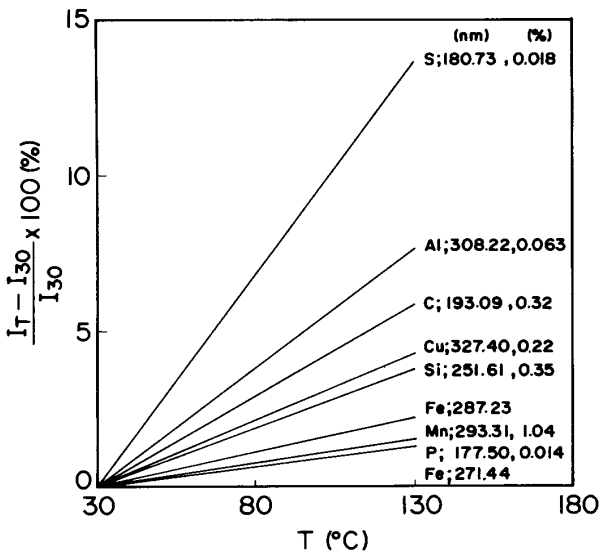


Fig. 9. Relationship between temperature of sample face and intensity ratio ( $I_{30}$  is intensity at 30°C and  $I_T$  is intensity at  $T^\circ\text{C}$ ).

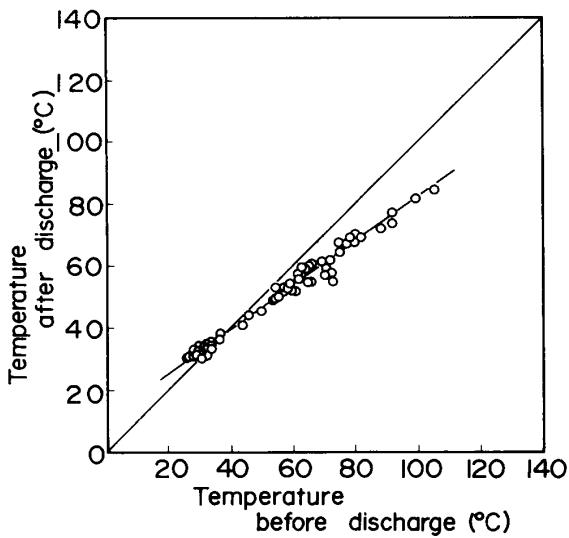


Fig. 10 Relationship between temperatures of sample face before and after discharge.

Table 2. Comparison of precisions of steel analysis by automatic method and conventional method [%].

		C	Si	Mn	P	S	Al
Conventional	n	10	10	10	10	10	10
	$\bar{x}$	0.057	0.14	0.24	0.015	0.017	0.042
	$\sigma$	0.0018	0.003	0.002	0.0003	0.0004	0.0024
	CV	3.2	2.1	0.8	2.0	2.4	5.7
Automatic	n	10	10	10	10	10	10
	$\bar{x}$	0.058	0.14	0.24	0.015	0.017	0.042
	$\sigma$	0.0011	0.003	0.002	0.0003	0.0004	0.0022
	CV	1.9	2.1	0.8	2.0	2.4	5.2

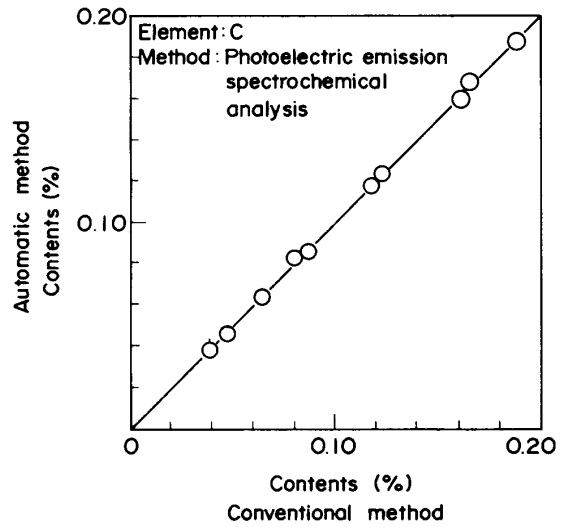


Fig. 11. Comparison of C contents determined by conventional method and automatic method.

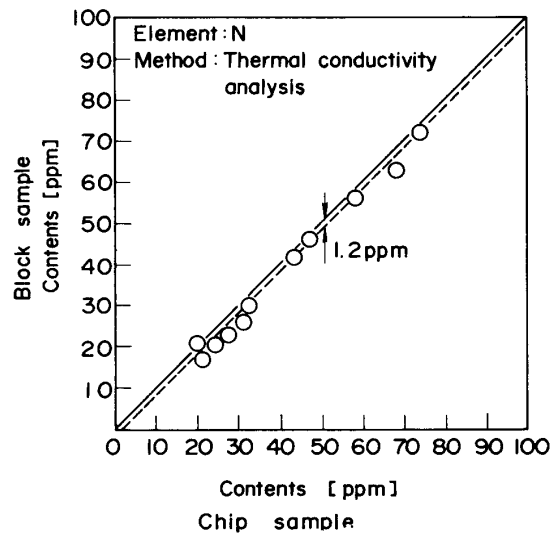


Fig. 12. Comparison of N contents determined by using chip sample and block sample from the same test piece.

必要があることがわかった。これら検量線作成のための標準試料は、切粉試料及びブロック試料ともに日本鋼管(株)福山製鉄所製標準試料を用いた。工程分析試料を層別検量線を用いて分析した結果、従来法と自動化法はFig. 13に示すように良く一致した。

#### 4. 自動化の効果

鋼の発光分光分析およびN分析について、従来法と自動化法の分析試料気送以降の所要時間をFig. 14に示す。発光分光分析では、従来法で6 min から15 minの

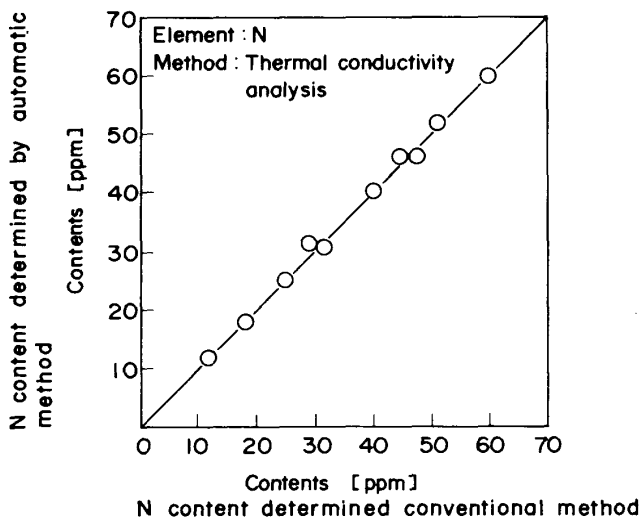


Fig. 13. Relationship between N contents determined by conventional method and N contents determined by automatic method.

分析時間がかかっていたものが、自動化法では 3 min から 5 min に所要時間が短縮できた。また N 分析においては従来法で 7 min から 10 min の分析所要時間が 5 min に短縮できた。鋼分析の全自動化システムにより、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。

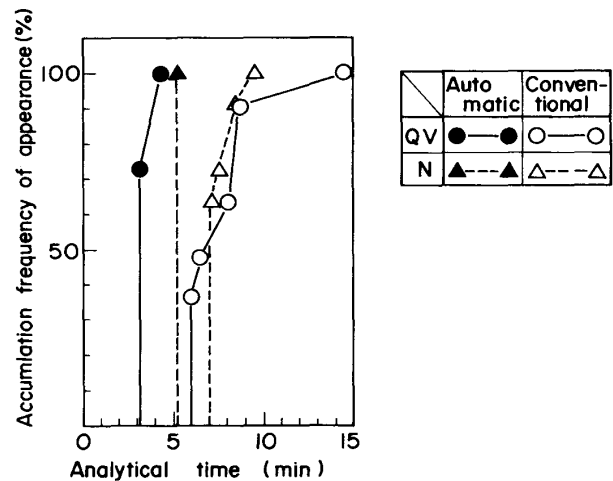


Fig. 14. Relationship between analytical time and accumulation frequency of appearance.

## 5. む す び

本システムは、昭和 59 年以來、直接圧延操業を始めとする鋼製造工程管理に貢献している。

## 文 献

- 1) 鈴木孝範, 浅川秀夫, 西山昇三: 鉄と鋼, **62** (1976), p. 1560
- 2) 井樋田睦: 第 61・62 回西山記念技術講座(日本鉄鋼協会編) (1979), p. 71
- 3) 小野準一, 福井 勲, 今村直樹: 島津評論 (1978), p. 18
- 4) 福井 勲, 小野準一: 島津評論 (1978), p. 25
- 5) 鹿島次郎, 久保田正明: 分光研究, **17** (1968), p. 102