

技 術 報 告

堺製鉄所における分析設備とその稼動状況について*

三 浦 登**・大 槻 孝**

Analytical Equipments and their Work Condition at Sakai Iron Plant

Noboru MIURA and Takashi ÔTSUKI

Synopsis:

New analytical equipments and their work condition at Sakai iron plant which produces steel ingots of 4,500,000t/ year are described. Main equipments, which analyse rapidly (about two minutes for one steel) and automatically iron, steel, slags and sinter, consist of an analytical computer (Quantac 502) belong to two photoelectric vacuum spectroscopic analysis apparatus (Quantvac) and a fluorescent X-ray analysis apparatus (VXQ). The analytical center is arranged in the office for converter plant. At the 1st floor, an instrumental analysis room, a sample prepared room and a water analysis room is arranged. At the 2nd floor, two wet chemical analysis room, a fuel analysis room and a gas (in steel) analysis room is arranged. Also, the analytical center is connected to the converter plant, the blast furnace plant and the raw material testing center by the air shooter. The molten steel sample at the converter plant is shot by the air shooter and is prepared automatically by the automatic sample preparator. Analytical results from Quantvac and VXQ is reported automatically by Quantac 502 as input of the process computer at the converter plant. Then, a new type fluorescent X-ray analysis apparatus is made by Shimadzu Co., Ltd., is named VXQ-P, is attached the three program scanner and the two pulse height analyser, and is used analysis of iron ores.

(Received June 19, 1968)

い き さ つ

昭和 40 年 6 月鉄鋼一貫作業を開始した堺製鉄所は、2 年後の昭和 42 年 7 月第 2 高炉に火入れをして、ここに粗鋼年間 450 万 t 製造体制を確立し、八幡製鉄(株)における新鋭製鉄所として出発した。当所は、その目標を無人化と少数精鋭主義をとってきたため、分析作業についても可及的に自動化するとともに少数精鋭によつて設備を稼動させ、さらにその環境を整備することに重点をおいて建設し、現在順調に稼動しているので、その結果をとりまとめて報告し、今後の参考に供したい。

1. 配 置

堺市大和川の河口近くの新造成地、いわゆる堺臨港 2 区の約 230 万 m² の地に大阪ガス(株)堺工場ならびに共同火力(株)堺発電所とコンビナートを組む製鉄所で、1 m² 当たり約 2 t/year・粗鋼という世界でもつとも土地生産性が高いところである。Fig. 1 からわかるように、北泊地の原料の荷揚げから始まり、製品の積出しにいたる作業の流れは横 S 型をなしている。

分析センターは転炉工場の西隣にある転炉センターと同一建家内に建設し、分析作業のもつとも関係が深い製鋼関係者との接触を密にするよう心がけた。また、試料の発生源である高炉工場、転炉工場および原料試験センター(輸入鉱石類、コークス類、合金鉄類、石灰石および高炉装入原料などの試料などの試料調製担当)とは、気送管設備で接続されている。

2. 職 制

ライン・スタッフ制度をとり、全体的にすっきりした職制をしき、ライン・イニシアティブな総合的生産管理体制をとっているのが特徴的である。このうち、試験分析部門は購入原料の受入れから、生産工程管理、さらには、製品の払出しに至るまでの鉄鋼一貫工程内のすべての試験分析業務を一括して、試験分析課を編成し、これを、技術部内に位置づけ、しかも前述のように実際的に

* 昭和43年 4 月本会講演大会にて発表
昭和43年 6 月19日受付

** 八幡製鉄(株)堺製鉄所

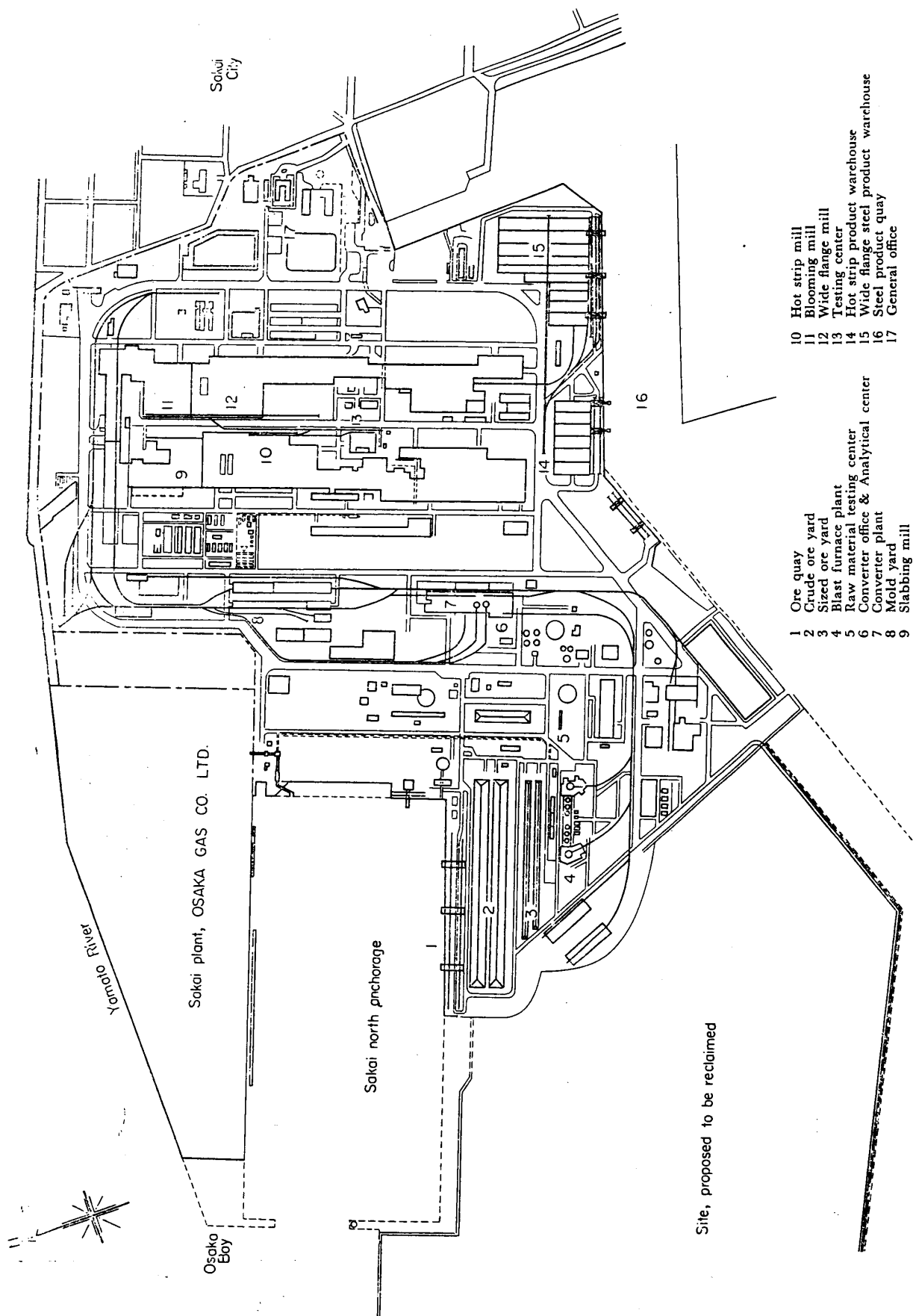
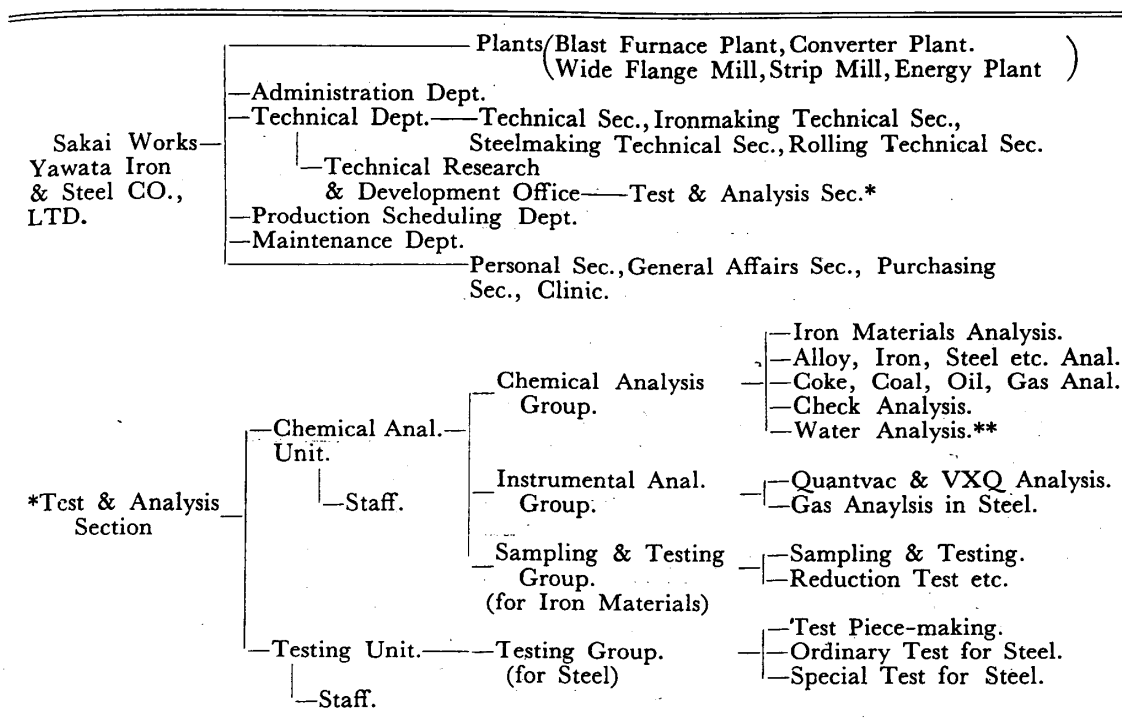


Fig. 1. Layout of Sakai Works, YAWATA IRON & STEEL CO., LTD..

Table 1. Organization of Test & Analysis Sec. at Sakai Iron Plant. (1st May 1968)



** Kurita Industrial Co., Sakai Branch.

Table 2. Iron & Steel Making Plant at Sakai Works, Yawata Iron & Steel CO., LTD..

Belonging	Blast furnace plant		Coke plant*	Converter plant	Lime plant**
Main product	Pig iron	Sinter	Coke	Steel	Lime
Capacity	No 1 BF 2047m ³ No 2 BF 2620m ³	No 1 DL 4000t/day No 2 DL 5000t/day	Coal charged 4,800t/day	170t/Ch. × 3	120t/day × 6

* Osaka Gas CO., LTD. Sakai Plant.

** Taihei Industrial CO., LTD.

は生産現場の中に入り込んで品質データを採取することによりラインと技術スタッフ間の循環的役割を果たすようにした。また研究開発部門との協力体制をより緊密にするため、研究開発室長の下にある。

課内は当初全所的なライン・スタッフ制をとり、ライン掛としての試験分析掛とスタッフ掛としての技術掛を置いたが、高炉2基時点において作業量増、要員増からまたより専門的技術の進展とグループ内における専門技術を通しての相互信頼感による人間関係の育成とを考慮して Table 1 のように改定した。つまり原料のサンプリング、物理的特性値の測定、化学成分の測定および鉄鋼の化学成分の測定などを主目的とした分析掛と製品の機械試験値の測定を主目的とした機械試験掛とに分けた。それぞれの掛には作業部門を担当するフォーマン以下の作業系列と調査、開発、計画を担当するスタッフ系列とが共存し専門掛長のもとに一致団結した品質管理体制がとられている。

3. 分析作業とその分類

(1) おもな対象工場とその能力

分析試料の発生源となるおもな対象工場はコークス、焼結、高炉、石灰および転炉の各工場であるがその工場能力を Table 2 に示す。

全体的に大型の工場群であり、従来からの管理と異なる点は溶鉄のタップごとの管理がトーピードごとの管理に、また溶鋼のチャージごとの管理がインゴットごとの管理に変わりつつあることである。これは生産設備の大型化に対する品質管理体制の変化であり、分析設備もそれに対処できるように自動機器化されたゆえんである。

(2) 分析作業の分類

当所における作業工程の流れにおける分析対象とその分析作業の分類を Fig. 2 に示した。この図から各工場における out-put が一般に機器分析化が進み、in-input が一部化学分析（ここでは湿式化学分析のことを指す）が

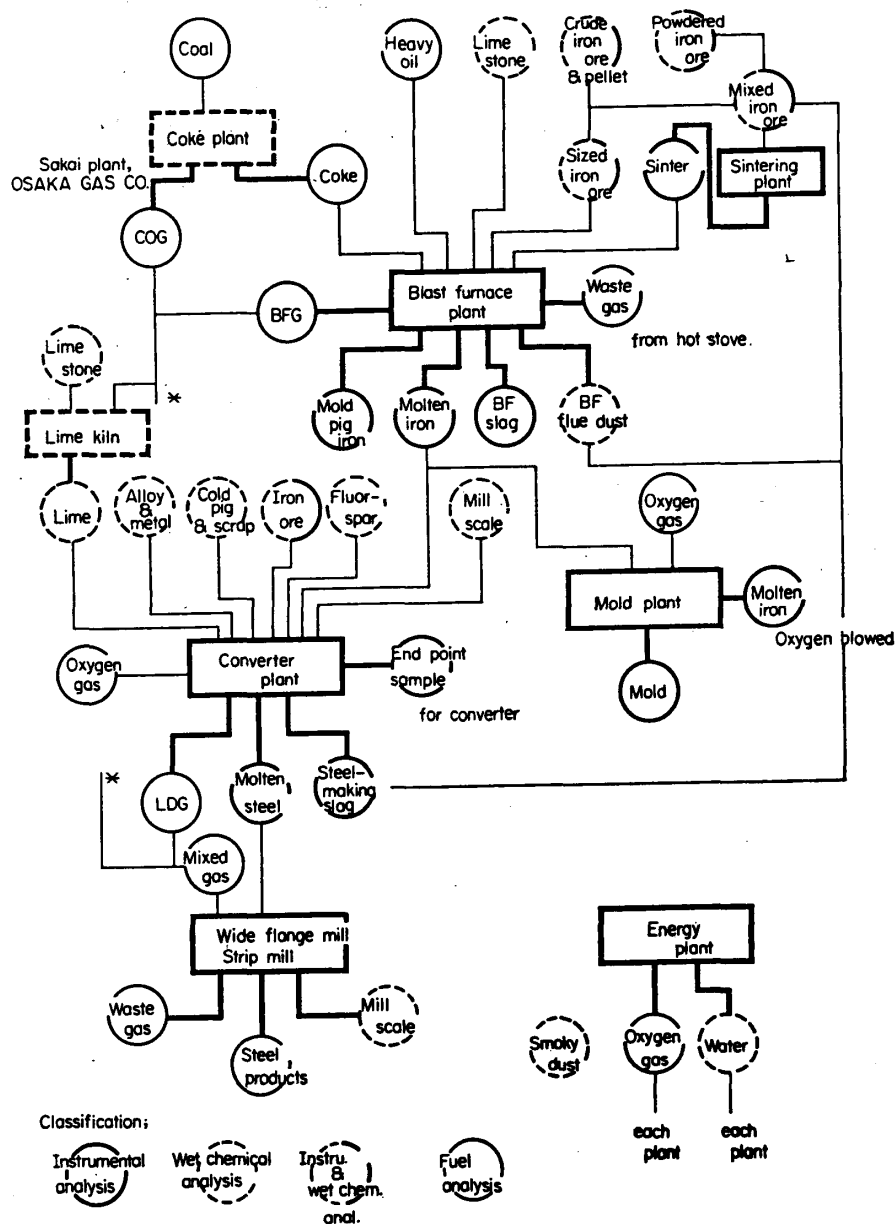


Fig. 2. Kind of analytical works and their classification at Sakai iron plant.

残存していることがわかる。また石炭およびワークス分析が依然として従来からの方法に頼らざるを得なかった点努力の不足があった。

第1高炉火入れ時から、昭和43年3月末までの分析作業量の推移と粗鋼生産高を Fig. 3 に示す。

4. 分析設備とその稼働状況

Fig. 2 における分析作業を遂行するため、Table 3 のような分析設備を設置した。この基本線は自動機器分析化にあるが、鉄鉱石の鉄分の定量ならびに機器分析の正しい評価のために必要不可欠の量の化学分析(湿式)作業を残存させることにした。しかし、当初は機器分析の困難な鉄鉱石分析、合金鉄分析、鉱石類の分析などは、と

りあえず化学分析法によつて出発することにした。

鉄鋼の分析に真空形発光分光分析装置(以下カントパックと略す)が利用されていることは、周知の事実である。当所としては分析作業の自動化もさることながら、生産現場におけるプロセスコンピューターとの関連をも考慮して、分析機器と電子計算機との結合をはかった。また、附帯設備類についても自動化の方向へ努力した。しかしこれらの自動化された機器といえども完全自動化ではなく、分析試料の良否の判断、分析に必要なコードのセットあるいはその他異常の有無の判断など人間の介入する必要がある作業はまだ残存しているのでオペレーターの人間性を守るための処置もじゅうぶん考慮した。すなわち、機器分析室内はあたたかい雰囲気のカラー

・コンデショニングをし、さらに試料調製室側に $1 \times 1 \text{ m}^2$ のペア・ガラス窓を2カ所にとりつけ、恒温恒湿室の密閉感がある程度開放してやつた。またオペレーターの気分一新のため通常の部屋に休憩室を設けてやることにより恒温恒湿室への長時間入室による身体障害から守つてやつた。分析室の配置をFig. 4に示す。

以下、個々の設備について述べる。

4.1 気送管設備

気送管設備は単に分析試料の搬送用のみにとどまらず、情報連絡処理用にも利用されるものを設計製作した。

このため、使用頻度、優先順位、送付内容物の相違および位置的問題を勘案して転炉系統線(延約 500m)と高炉系統線(延約 2 km)とに分けた。気送管設備のおもな仕様はつぎのようなものである。

(1) 型式：相互連絡循環式自動出発型吸引回路*

(2) 気送子平均搬送速度：15m/sec
(分析試料搬送時)

(3) 気送子：被搬送物 $37 \text{ mm } \phi \times 50 \text{ mm}$ の小鋼塊(温度 1000°C max.) を搬送可能なもの

(4) 管路：内径 $100 \text{ mm } \phi \pm 0.5\%$ 、肉厚 $2.5 \text{ mm } \pm 0.5\%$ の電縫鋼管(STPG 35)

(5) 送風機：高圧ルーツブロワー
所要風圧 -4000 mm Aq
所要風量 $7.9 \text{ m}^3/\text{min}$
所要馬力 13.7 kW

4.2 試料自動調製装置

自動化された分析機器にマッチした試料の自動調製装置を考案した。一般に、これまでは切断機と研磨機を別個に設置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・ボタンを押せば、所定の部位を切断し、所要のあらさの表面を有するカントバック試料が自動的に調製されるようにしたものである。つまり one push one cycle でカントバック試料が迅速、安全にしかも精度よく調製される。この間の所要時間は約 30 sec である。

4.3 自動化された分析機器

カントバック2台(鋼および鉄鉄のそれぞれ専用機として使用)および VXQ 1台に自動計算機(含有量自動計算補正装置)―島津製 Quantac 502―1台を付属させ溶銑、溶鋼、鋅滓、鋼滓、焼結鋅などの迅速分析に当た

* 各ステーションから自己より先のすべてのステーションをダイヤルにて選択し、気送管を挿入すれば、自動出発し、相手のステーション宛搬送される。優先順位がある場合は優先区間を設けてやれば、その区間を先行の気送子が目的地に到着するまでの間は次の気送子は出発点に待機し、以後自動的に出発する方式

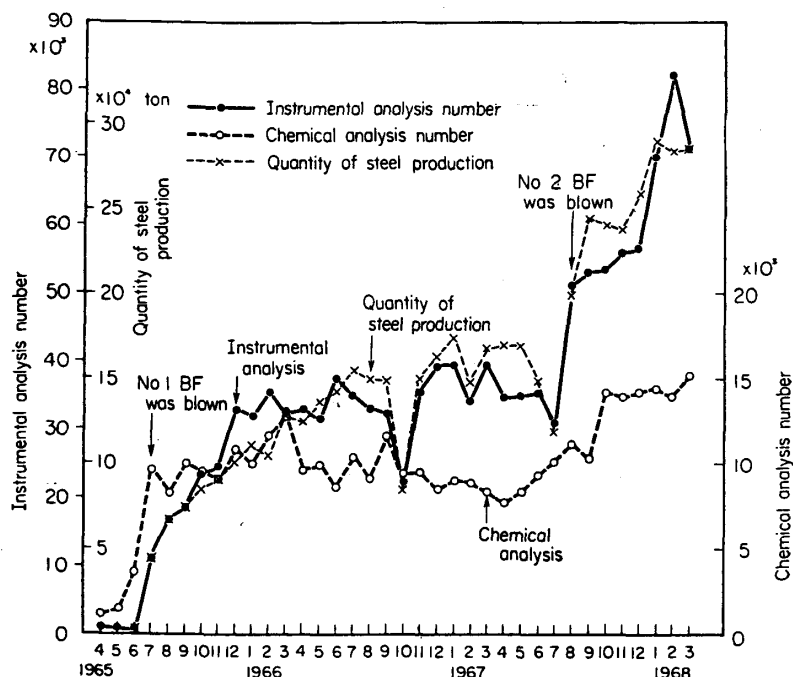


Fig. 3. Transition of analytical number and quantity of steel production.

らせいでる。カントバックあるいは VXQ による分析方法についてはすでに数多くの報文があるので省略する。

また、最近 Quantac 502 についてもその製作設計担当者らが解説しているので詳細についてはその報文を参照されたい。

Quantac 502 を設置した当所としてのねらいはつぎのとおりである。

(1) 分析値の信頼性の向上……大型炉あるいは大型鋼塊に対する影響度合から当然のことながら分析値に、より以上の信頼性が要求され、さらに品質管理の強化の必要性から作業量の増大が要求されてくる。これに対してそれまでのカントバック分析はアナログデータの記録までは確かに自動化されてはきたが、それから後の比較的定型的作業であるデータの読取りとそのデジタル変換(検量線からの含有率読取)が人間力に頼っており、単純な繰返し作業の連続からミスが誘発しがちであつた。またカントバック分析の欠点である検量線のドリフト修正作業の面倒さから誤差の要因が多かくされていた。計算機はこれら人間的なわずらわしさを解放してくれ、つねに最適分析条件を確保してくれる。

(2) 分析速度の向上と能率の増大……転炉作業の回転率をあげ、また製造工程中に品質を造りこむ精神にのっとり分析所要時間の短縮をはかる。実際的には試料を受付け後 2 min 以内に分析結果を製造現場にフィード・バックできる。これまでのカントバックでもこの程度の時間内に分析すれば可能であるが、長期間の継続は無理なようである。計算機はこれを容易にやつてのける。さらには精度維持のための操作のほか付帯作業の自動化に

Table 3. Outline of analytical equipments.

Name of equipment	Number	Service	Rough specification
Photoelectric vacuum emission spectroscopic anal. apparatus. (Quantvac)	2	Rapid analysis of iron & steel.	Made by Shimadzu Co., Ltd. Excitation source unit (LVS & HVS) Vacuum type spectrometer, GV-200 Recording console, 241000
Fluorescent-X-ray analysis apparatus. (VXQ)	1	Rapid analysis of ironmaking slag, steelmaking slag, & sinter.	Made by Shimadzu Co., Ltd. X-Ray source unit, 12350 X-Ray spectrometer, 25000 Recording console, 245000 Counter: 9 element, fixed
Fluorescent-X-ray analysis apparatus. (VXQ-P)	1	Rapid analysis of iron ore & raw materials.	Made by Shimadzu Co., Ltd. Counter: fixed 6, scanner 4 Multi-channel monitor method (cf. following)
Analytical computer (Quantac 502)	1	Belonging to Quantvac & VXQ.	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 (cf. following)
Automatic sample preparater	1	Cutting & polishing of molten steel sample	Made by Nippon Cutting Machine Co. Cutting whetstone: 510 mm ϕ to put together with belt-sander Full automatic control
High speed cutter	1	Cutting of steel products	Made by ibid. Cutting whetstone: 510 mm ϕ Automatic control
Manual sample preparater for Quantvac	1	Polishing of steel & iron	Belt-sander: 200×1,525 mm endless Electric grinder: 355×50 mm
Manual sample preparater for VXQ	1	Milling & briquetting of ore slag	Rotary mill: 100 ml, 250 ml Briquette press: 36 t max. Mixer mill:
Manual sample preparater for chemical anal.	1	Boring & milling of steel & iron	Boring machine Milling machine Air hammer

より、能率の向上が期待される。

(3) 分析要員の節減……少なくともレコーダーの読取り、含有率への変換、記録および報告作業が自動化されるのでその分だけの要員が節減され、さらに1名のオペレーターで2台のカントバックを操作できる。またオペレーターは機械から追いかけるような読取り作業がなくなるのでむしろ機械を監視する余裕のある作業をするため疲労度が減少する。

(4) プロセス・コンピューターとの連結による生産作業への直結……転炉、高炉、焼結工場などのプロセスコンピューターと連結し、分析データを Quantac 502 からの信号として電送することにより生産作業へ直結させる。つまりプロセス・コンピューターの出先の役割と検出端としての役割を演じさせる。

このことはプロセス・コンピューターの直接生産作業への有効利用のほか生産作業へ直接参加するという喜びを持つ分析オペレーターのモラル向上へ役立つものと考ええる。

以上のねらいにより、設計製作した Quantac 502 の仕様ならびにその機能をつぎに示す。

[Quantac 502 の仕様]

(1) 計算機

a) 形式 デジタル形電子計算機—プログラム記憶方式—直列同期式クロックパルス約 140/168 kC/sec

b) 数値 10進固定小数点、正負6桁 8-4-2-1コード

c) 速度 加減算 0.2mS

乗 算 平均 1mS

除 算 平均 500mS

(continue) Table 3

Name of equipment	Number	Service	Rough specification
Oxygen analyzer in steel	2	Rapid analysis of oxygen in steel	Made by Kawasaki Iron & Steel Co., Ltd. Argon gas carrier—high frequency introduce heating—melting—conductmetric method Made by Kokusai Denki Co. Argon gas carrier—high frequency introduce heating—melting—coulometric method
Hydrogen analyzer in steel	1	Rapid analysis of hydrogen in steel	Made by Naruse Scientific Instrument Co., Ltd. Argon gas carrier—heating (1000°C) Paradium separate—pressure measurement method—lead by prof. H. Goto (Tohoku University)
Nitrogen analyzer in steel	1	Rapid analysis of nitrogen in steel	Trial rearing
Carbon Determinater	2	Rapid & micro analysis of Iron & steel	Made by Kawasaki Iron & Steel Co., Ltd. Conductmetric method Made by Kokusai Denki Co. Coulometric method
Sulfur Determinater	1	Rapid & micro analysis of Iron & steel	Made by Kokusai Denki Co. Coulometric method
Chemical analysis apparatus	1	Check analysis of ore, alloy, metal, iron & steel Analysis of fuel Analysis of water	Chemical balance Polarograph Photoelectric spectrometer Flame photometer Gas chromatograph Water analysis apparatus
Air shooter	2	Conveyance of sample & data card	Made by Nippon Air Shooter Co. (cf. following)
Argon gas supply	1	For quantvac, gas in steel & gaschromatograph analysis	Made by Daido Oxygen Co. Cold converter 210 GLOX Capacity : 639m ³

- d) 回路 論理素子 ダイオード
増幅素子 トランジスター
蓄積素子 トランジスター 静フリップフロップ
- e) 記憶 磁気ドラム 3000/3600 回転/min
容 量 6400語
待時間 最大 20mS
最適化時 1mS
チェック 奇偶および交互チェック
エラーがあつたときは再読出し

(2) 入出力機器

- a) タイプライター 印字幅最大 140 字 365 mm
用 紙 幅 最大 380 mm
印字速度 4~10 字/sec

出 力 数字(0~9), 小数点, 負号,
TAB, C.R., SPACE, 赤黒

- b) テープさん孔器 6単位, 4~10字/sec, チェックビット付
- c) テープ読取器 6単位, 約10字/sec
- d) AD変換器 入力 0~-100mV, 出力 000~999
確度 0.1%, 速度 0.24sec
- e) 連動入力 6個のリレーの組み合わせで外部情報を読む。
- f) 連動出力 100% 信号, チャネル信号を送り出す
- g) 伝送出力 6単位, 各50V, 70mA, 4~10字/秒
[Quantac の機能]

- (1) 試料到着時刻読込
気送管ステーション出口を通過した気送子により, 試

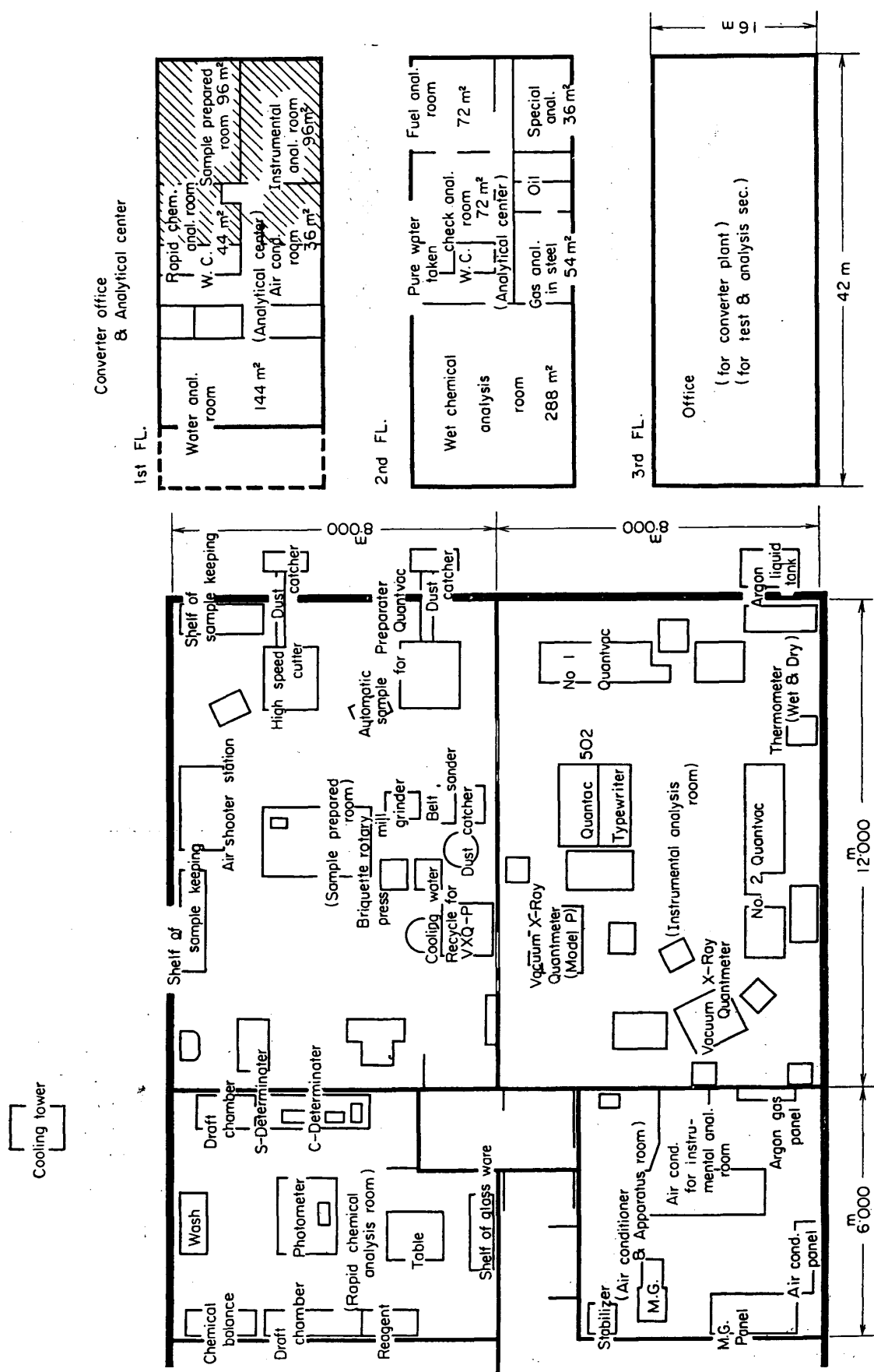


Fig. 4. Layout of instrumental analysis laboratory.

料到着時刻を計算機に与え、さらに到着気送子の内容を確認して、マニュアルで内容物を計算機に記憶させ必要なときに読みとらせる。

(2) 分析機器の選択

すでに積分を開始している機器があるとき、フルスケールの 80% を超えている場合はその機器が、また 80% 以下の場合は優先順位の高い試料を分析している機器が自動的に選択される。

(3) 外部設定

6 けたの数字で工場、試料番号、炉番号、鋼種あるいは銘柄を表示し、ダイヤルを回してインプットする。

(4) 検量線の選択

外部設定の信号から必要な検量線を選択する。カントバックに 3 種、VXQ に 20 種の検量線を記憶させている。

(5) 検量線の修正

カントバックのドリフト量を修正する。標準化試料を発光させ、その測定量より検量線の勾配および平行移動量を求めておき含有率計算のさい測定量を修正する。

(6) 含有率計算

測光信号を基にして、二次近似した検量線から含有率を計算する。

(7) 印 字

必要なコード、含有率、到着時刻、報告時刻をタイプアウトする。

(8) Al 含有率チェック

Al 含有率を最初にチェックし 0.3% 以上含有する場合は警告のため赤字でタイプする。この場合は C 含有率を補正する必要がある。

(9) 分析誤差チェックおよび平均値計算

2 回分析する場合（取鍋試料や銑鉄試料のとき）元素ごとに許容差を計算機に記憶させておき、2 回の分析誤差を求めて差の大きいときは警告のため赤字でタイプする。このときは平均値を計算しない。差が小さいときは平均値を計算し黒字でタイプすると同時に工場側に電送する。

(10) データー電送

得られたデータを外部設定の工場へ自動電送する。工場側はこれを電光表示したり、プロセスコンピューターのインプットとする。

(11) マニュアル電送

カントバックあるいは VXQ 以外からの分析データをマニュアルで工場側へ電送する。

(12) その他

表示回路チェック、分析プログラムチェック、数表作成プログラムなどを組み込んでいる。規格照合プロおよび証明書発行プロは記憶容量限界のため削除した。

これらの自動分析装置を用いた場合の実際分析作業のタイムスタディをしてみると Table 4 のようになる。これを従来の機器分析作業に比較してみると全体的に 1 min 以上、つまり $(3'10'' - 2'06'') \times 100 / 3'10 = 34\%$ の時間短縮となり、自動化による迅速化の効果が歴然としている。連続的な作業面では試料を発光スタンドに設定しスタートボタンを押せばあとは自動的に分析値を報告してくれるのでオペレーターの負担は非常に軽くなっており、作業能率は 34% 増どころではなくじゆうぶん倍加しているとみてよい。オペレーターには試料の良否、発光励起の良否などの判断作業を着実にやる余裕があり、それだけ分析正確度が向上することになったのも事実である。

4.4 新しい蛍光 X 線分析装置

鉄鉱石などの分析や定性分析のために新しい型の蛍光 X 線分析装置を企画し、(株)島津製作所の協力を得て製作した。この装置を VXQ-P と略称する。

つぎに VXQ-P の特色を列記する。

(1) X 線管球に Rh-ターゲットを使用し、全体的に被検元素の X 線強度の向上をはかった²⁾。

(2) 計数管にプロポーショナル・カウンタを使用し、また波高選別器を採用することにより SN 比の向上をはかった。

(3) プログラムスキャナーを具備させ、可及的多数

(注) VXQ-P とは Pulse Height Analyzer, Program Scanner および Printer の 3 つの機能を有する VXQ という意。

Table 4. Time-study of Quantvac analysis.

Subject	New automatic instrumental anal.	Manual instrumental anal.
Sample arrived, time record	8 sec	13 sec
Sample prepared	35	49
Check of analyzed surface, setting	15	20
Analyzed (pre-spark, integrate, record or typewriter, determinate, check of data and report)	65	105
Check of excited point and sample keeping	3	3
Total	126 sec	190 sec

の元素 ($\text{Mg}^{12}\sim\text{U}^{92}$) を定量可能とし、自動選択機構により迅速分析に対処した。定性分析も可能 ($0.1\sim10\text{\AA}$ を連続記録)。

(4) X線管球冷却水循環送水装置により、冷却精度の向上ならびに管球の汚染防止につとめた。

(5) X線制御装置とX線高圧タンクを分光器据付台内に組込み、装置の管理と操作性の合理化をはかった。

この装置に使用されている分光器のマウンティングを Table 5 に示す。そのほかの仕様については省略する。

なお、プログラム・スキャナーとはつぎのようなものである。従来の VXQ はローランド・サークル上を任意の元素の分光角度 (2θ) に従って逐次手動で調整するスキャナーが 3 台まで取付け可能なように設計されているが、これを一歩進めて自動化したものである。すなわち任意の元素をあらかじめ選択できるようにパンチしたプログラム・カードに従ってスキャナーの波長送りをし、目的元素の位置で自動的に停止または低速でスキャンニングさせる操作をオペレーターがコントロールパネル上で遠隔操作できるようにしたものである。

この装置を鉄鉱石分析に適用した例をつぎに示す。

試料として日本鉄鋼標準試料 (4 種-4 銘柄)、八幡製鉄標準試料 (10 種-10 銘柄)、外国製標準試料 (6 種-6 銘柄) および所内検収試料 (48 種-16 銘柄) を用いて、ブリケット法 (ステアリン酸を 5% 添加) で測定した結果を Table 6 に示す。表中の検量線とは X 線強度 (I cps) と成分含有量 (C%) とを直線回帰して計算したものであり、共存元素による吸収や強調効果による補正をしない生データを解析したものである。

鉄鉱石の蛍光 X 線分析を検討するに当たり、集約された最終目的は、鉄分を精度よく定量する方法を確立することであり、焙焼法、熔融法 ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ を用いる方法、 Na_2HPO_4 を用いる方法)³⁾あるいは Al_2O_3 希釈法⁴⁾を検討したがまだ決定的な方法として確立することはできな

かった。今後ともこの問題については鋭意努力を続けるつもりである。また Table 6 の結果では CaO , TiO_2 , Cu , S , MnO , P_2O_5 などの 6 成分については特に顕著なマトリックス効果を認めなかったが、 MgO , Al_2O_3 および SiO_2 についてはマトリックス効果を考慮する必要のあることを認めた。

4.5 鋼中ガス分析装置

不活性ガス中で溶融するかあるいは加熱抽出する装置を採用し、鋼中ガス分析作業の簡素化をはかった。つまりこれらの装置では真空を必要としないので装置の気密、連結が簡単となり、試料の連続投入が容易となり、また生じたガスを不活性ガスで分析系あるいは分離系へ運ぶことができるのでポンプ類が少なくすむなど、これまでの真空法に比べ装置が単純で取り扱いやすい特徴をもっている。

(1) 酸素定量装置……不活性ガス溶融、電気伝導度測定法 (川鉄計量器・富士電波製) のものと、同電量測定法 (国際電気製) のものとを設置し、日常の作業分析に当たっている。

(2) 水素定量装置……不活性ガス送気、加熱抽出、パラジウム分離定容測圧法⁵⁾ (成瀬理科学器械製) のものを設置し水素含有量 0.1 ppm 以上の試料を再現性よく定量している。

いずれの装置も、もつとも大きな欠点は標準試料比較法をとればより正確度のよい結果が得られることで、今後鋼中ガス分析用標準試料の早急な完成が期待されることである。

5. 分析作業管理

機器分析作業が発達してくると、あたかももつともらしい分析値が容易に得られるようになるが、そのままでは信頼性の裏付けがない。またたとえ分析機器が正しく稼動していることが電氣的に証明されたとしても試料そ

Table 5. Mounting of VXQ-P.

Mode	Element	Spectral line	Crystal	Counter (Window)		
Non-dispersion	Monitor	—	—	K proportional exatron (Be)		
Dispersive air path 〃	Mn	$K\alpha\ 2.103\text{\AA}$	$4''\text{LiF}$	〃	〃	〃 (〃)
	Fe	$K\alpha\ 1.936\text{\AA}$	〃	〃	〃	〃 (〃)
Dispersive vacuum path 〃 〃 〃 〃 〃 〃	Si	$K\alpha\ 7.126\text{\AA}$	$4''\text{EDT}$	Ne	〃	〃 (Be)
	P	$K\alpha\ 6.155\text{\AA}$	$4''\text{Ge}$	〃	〃	〃 (〃)
	Al	$K\alpha\ 8.339\text{\AA}$	$4''\text{EDT}$	〃	〃	〃 (Al)
	Ca	$K\alpha\ 3.360\text{\AA}$	$4''\text{LiF}$	Ar	〃	〃 (Be)
	Scanner I	$2.83\sim10\text{\AA}$	$4''\text{ADP}$	Ne	〃	〃 (Be)
	Scanner II	$1.07\sim3.77\text{\AA}$	$4''\text{LiF}$	Kr	〃	〃 (Be)
	Scanner III	$0.36\sim1.76\text{\AA}$	$11''\text{LiF}$	〃	〃	〃 (〃)

Table 6. Analytical results of iron ores by means of VXQ-P.

Components	Wave-length (Å)	X-ray tube out put kV mA	Range of determination (%)	Formula of working curve	Analytical error			
					σ_d	$\bar{d}$	σ_h	σ_l
CaO	K α 3.360	30.....10	0.03~6.6	$C=0.26 \times 10^{-4} \times I - 0.03$	0.057	-0.007	0.045 (6.56)	0.012 (0.70)
SiO ₂	K α 7.126	30.....10	1.2 ~8.0	$C=1.51 \times 10^{-3} \times I + 0.52$	0.15	+0.003	0.14 (8.04)	0.041 (1.18)
Al ₂ O ₃	K α 8.339	30.....10	0.4 ~6.6	$C=1.17 \times 10^{-2} \times I - 0.08$	0.068	-0.006	0.33 (9.70)	0.025 (0.39)
MgO	K α 9.889	40.....30	0.04~5.5	$C=5.70 \times 10^{-3} \times I - 0.16$	0.097	-0.024	0.083 (8.10)	0.040 (0.20)
P ₂ O ₅ (low)	K α 6.155	40.....30	0.02~0.06	$C=4.3 \times 10^{-4} \times I + 0.003$	0.0058	-0.0004	—	0.0031 (0.029)
P ₂ O ₅ (high)	K α 6.155	40.....30	0.06~0.7	$C=6.5 \times 10^{-4} \times I - 0.11$	0.0058	-0.0004	0.0095 (0.224)	—
S	K α 5.373	40.....30	0.007~1.17	$C=6.6 \times 10^{-4} \times I - 0.24$	0.015	+0.0028	0.041 (3.42)	0.0091 (0.018)
MnO	K α 2.103	40.....30	0.03~1.0	$C=3.7 \times 10^{-3} \times I - 0.03$	0.062	+0.013	0.007 (0.61)	0.002 (0.12)
TiO ₂	K α 2.750	30.....10	0.04~8.0	$C=1.53 \times 10^{-4} \times I - 0.04$	0.040	-0.004	0.062 (6.37)	0.008 (0.05)
Cu	K α 1.542	40.....30	0.001~0.1	$C=5.27 \times 10^{-4} \times I - 0.10$	0.005	-0.003	0.003 (0.096)	0.0002 (0.002)

C.....Percentage of component in iron ore

I.....Intensity (cps)

$$\sigma_d = \sqrt{\frac{\sum \{(VXQ \text{ value}) - (\text{Chem. value})\}^2}{n-1}}$$

$$\bar{d} = \frac{\sum (VXQ \text{ value}) - (\text{Chem. value})}{n}$$

 σ_hStandard deviation at high content

 σ_lStandard deviation at low content

().....Content,%

れ自体の冶金学的履歴に左右されるカントバック分析では正しい分析値であることの証明にはならない。当所における機器分析作業管理の例をつぎに述べる。

(1) 2個の繰り返し分析値の差の管理

同一試料を繰り返し2回分析して疑わしいとみなす必要のない2個の分析値を比較し、 $D_2' \hat{\sigma}_w$ 内にあることを確かめ、機器の繰り返し性と試料の均一性を裏付ける。ただし $\hat{\sigma}_w$: カントバック分析所内標準偏差、 $D_2' = 2\sqrt{2}$

(2) 標準値との差の管理

作業中任意の時期に標準試料を分析し、標準値と分析値とを比較し、 $u\hat{\sigma}_w$ 内にあることを確かめ、機器の正常運転を立証する、 $\hat{\sigma}_w$: 同上、 $u=2$

(3) 化学分析値との差の管理

(i) ランダムに各直1試料を引抜き同一作業系列内で化学分析し、カントバック分析値との差が σ_d 内にあることを確かめ、機器の正常運転および試料の妥当性を総合的に立証する。 $\sigma_d = 2\sqrt{\hat{\sigma}_w^2 + \sigma_s^2}$, σ_s : 化学分析所内標準偏差

(ii) ランダムに取鍋試料の5%を引抜き、ほかの作業系列(特に監査分析方として化学分析に堪能な分析技能者を専門に担当させている)にてJIS化学分析法に正しく準拠した分析を行ないカントバック分析値との差を σ_s と比較し対外的に当所の分析値をオーソライズする。 σ_s : 同上、

あ と が き

技術革新の波に乗って躍進する鉄鋼業界内において、分析部門の技術革新もまた生産現場のそれとあいたずさえて行なわれるべきである。本報告では生産現場が要求する迅速性と需要家が要求する品質の信頼性との両者を満足させる分析設備の設計配置についてその概要をとりまとめて述べた。

しかし、最近の技術は日々に進んでおり、本報告の内容もすでに陳腐になりかけている感がある。今後はさらに検出端としてのオンラインにおける分析機器についてより一層の研究開発が必要となる。

おわりに新分析設備について終始ご指導を賜った東北大学理博後藤秀弘教授に深甚の謝意を表するとともに本報告の発表を許可された当所技術部長戸田健三氏に深謝する。また、機器製作に協力賜ったメーカー各位ならびに工事推進、データー収集にご援助いただいた分析掛各位に謝意を表する。

文 献

- 1) 喜利, 福田, 鈴木, 和邇: 分光研究, 16(1968) 5, p. 197~206
- 2) 築山, 岩本: 分析化学, 16 (1967) 9, p. 967~968
- 3) F. RINALDI and P. AGUZZI: Met. Ital., 57 (1965) 11, p. 415~419
- 4) 白岩, 藤野: 鉄共研, 分析部会蛍光X線分析分科会資料 FX-88 (1965)
- 5) 後藤, 池田, 細谷: 金属学会誌, 28 (1964) 11, p. 764