

(310)

蛍光X線分析法による石炭およびコークスの成分分析及コークス  
灰分の推定

住友金属工業 鹿島製鉄所 法華津弘通・谷 博

1. 緒言 当所に於ては、高炉の大型化に伴ない上工程の操業管理強化がクローズアップされてきたが、中でも安全な高炉操業を行なうためには装入物のコントロールが必要であり、とりわけ最近の石炭事情を考慮すると高炉の熱バランスおよび溶鉄の脱硫率に影響をおよぼすコークスの迅速な品位確認方法の確立が急務となった。そこで蛍光X線分析法による石炭およびコークスの成分分析を行うにコークス灰分の推定方法を検討し、良好な結果が得られたので以下に概略を報告する。

2. 実験 蛍光X線分析装置(島津製VXQ-130)、振動ミル(川重製)、油圧プレス(島津製30Ton)、炭酸水素ナトリウム、ホウ酸リチウムおよび60メッシュ以下の乾燥済石炭およびコークス試料を用いて1)フリケット試料調整方法、2)蛍光X線分析方法の検討と精度確認、3)コークス中主要成分からの灰分推定方法、について検討した。

3. 結果 1) フリケット試料調整方法 石炭は輸入炭4銘柄を検討した結果、約100メッシュに粉砕した試料をアルミキマツプに詰め、30Ton×15秒のプレスにより良好なフリケット試料が得られた。一方コークス試料はコークス単味のフリケット試料調整が不可能で粉末薬品による稀釈法を考へ比較的入手しやすい炭酸水素ナトリウムとホウ酸リチウムについて検討した結果、炭酸水素ナトリウムは固結化が容易で良好なフリケット試料が得られる事がわかった。その混合率と秤量誤差、蛍光X線強度、ランニングコスト等と考慮して、試料:炭酸水素ナトリウムは1:4(2g:8g)とし、振動ミルにて3分間混合粉砕したものを30Ton×15秒のプレスによりフリケット試料とした。2) 分析条件および精度確認 蛍光X線分析装置はRc陽極3KVのX線管球を有しているが、他試料との兼ね合いと考慮しその使用条件を40KV、65mAとして実験を行なった。石炭は試料数が少なく今回の実験では精度確認にまでは至っていないが、 $SiO_2$ 、 $CaO$ 、 $Al_2O_3$ 、 $Fe_2O_3$ は濃度と蛍光X線強度が良好な比例関係を示し、石炭の分析は可能であることがわかった。尚、コークスの蛍光X線分析の精度は、表1に示す通りで精度良好であり操業管理用として十分使用出来ることを確認した。

表1 コークス分析精度  $n=13$ 

| 精度 \ 成分     | $SiO_2$       | $CaO$         | $Al_2O_3$     | $MgO$         | $Fe_2O_3$     | $SO_4$        |
|-------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| 繰返試料調整精度(%) | 0.056         | 0.008         | 0.039         | 0.008         | 0.041         | 0.019         |
| 装置繰返分析精度(%) | 0.026         | 0.003         | 0.012         | 0.008         | 0.025         | 0.007         |
| 正確度(%)      | 0.217         | 0.047         | 0.155         | 0.047         | 0.111         | 0.189         |
| 測定範囲(%)     | 1.98<br>~1100 | 0.15<br>~0.40 | 1.32<br>~5.53 | 0.17<br>~0.29 | 0.74<br>~2.49 | 1.27<br>~3.02 |

3) コークス中の主要成分より、灰分を推定する方法 コークス中には $Si$ 、 $Ca$ 、 $Al$ 、 $Mg$ 、 $Fe$ 、 $Ti$ 、 $P$ 、 $S$ 等が存在するが、単味銘柄により大きく変動する成分としては $Si$ 、 $Ca$ 、 $Al$ 、 $Mg$ 、 $Fe$ 、 $S$ が知られているが、 $S$ は灰分測定時に殆んど逸散されていることが確認され灰分推定の場合は無視できたので $SiO_2$ 、 $CaO$ 、 $Al_2O_3$ 、 $Fe_2O_3$ 、 $MgO$ の5成分合計と灰分との相関を調査した結果を国1に示す。この方法により蛍光X線分析法にてコークス中灰分を推定する場合は $(SiO_2 + CaO + Al_2O_3 + Fe_2O_3 + MgO) = 0.93 \times \text{灰分}$ の関係が成立し、その推定精度(1Sによる灰分測定値との正確度)は $\sigma = 0.26\%$ である事がわかった。本法の確立により、コークス灰分推定は約20分の短時間で可能となり従来法では不可能であった高炉装入前のコークス灰分および $Al_2O_3$ 量把握による高炉安定操業への効果は大きい。

