

© 1987 ISIJ

石炭類およびコークス類工業分析と全硫黄分析の全自動化装置

技術報告

石橋 耀一*・福本 邦二*・前田 孝三*
小川 旭*・後藤 桂三*・石井 照明*²

Fully Automatic Apparatus for Proximate Analysis and Total Sulfur Analysis of Coal and Coke

Yōichi ISHIBASHI, Kuniiji FUKUMOTO, Kōzō MAEDA,
Akira OGAWA, Keizō GOTŌ and Teruaki ISHII

Synopsis:

The conventional method of proximate analysis of coal and coke is specified by the JIS method in Japan. This method is based on the loss in weight of the coal and coke sample in air under rigidly controlled conditions of temperature, time and air flow.

Usually, the above procedure is performed by manual operation throughout the measuring process. However, labor saving of the analysis by automation has been required. We have developed a fully automatic method for proximate analysis and total sulfur analysis of coal and coke by using an electric articulated robot under computer controll.

Each apparatus, such as the electric furnace, automatic balance, sulfur analyzer, and vibrator, is arranged in the concentric circle position, and the robot is set to the center of the circle.

Each procedure, such as sampling, weighing and handling is performed by the robot. All processes are controlled by computer (IBM series 1). The results of the measurements are typed out automatically.

Total sulfur is measured by the combustion and acid-base titration method using a conductivity glass electrode sensor.

The conditions of laboratory room are improved, as well as we can obtain better precision than with the manual method.

1. 緒 言

鉄鋼業における分析分野では、銑鉄や鋼の工程管理分析、製品分析などは、分析方法の機器化、自動化が進展している¹⁾。一方、石炭類およびコークス類の分析は鉄鋼分析と比較して機器化、自動化が遅れている²⁾。

石炭、コークスの工業分析は、石炭、コークスの基本品位の検定、石炭配合率の決定、コークス炉、高炉の操業管理データとして、定常的に数多くの測定が行われている。しかし、従来行われている石炭、コークスの工業分析は、JIS法³⁾にもとづいて、すべての分析操作が手作業で行われているため、作業性が悪く、作業環境にも問題があった。

本報告では、省力化および作業環境の改善を目的として、汎用ロボット技術を適用し、石炭類およびコークス

類工業分析と全硫黄分析を行う全自動分析装置を開発したのでその結果を述べる。

本装置により、自動化を行つた範囲は、石炭類およびコークス類工業分析の水分 (IM, Inherent Moisture)、灰分 (Ash)、揮発分 (VM, Volatile Matter)、および全硫黄 (TS, Total Sulfur)、の定量⁴⁾である。

2. 自動分析項目の選定と分析方法

自動化を行う分析項目については、

(1) 分析試験の頻度が高く、自動化による効果が期待できるもの。

(2) 技術的に汎用ロボットの適用が可能なもの、すなわち、取り扱うサンプル性状が共通している。取り扱うサンプル量が同量である。処理手順が似かよっている。ことなどを考慮して、工業分析 (水分、灰分、揮発分)

昭和 60 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 60 年 9 月 26 日受付 (Received Sep. 26, 1985)

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

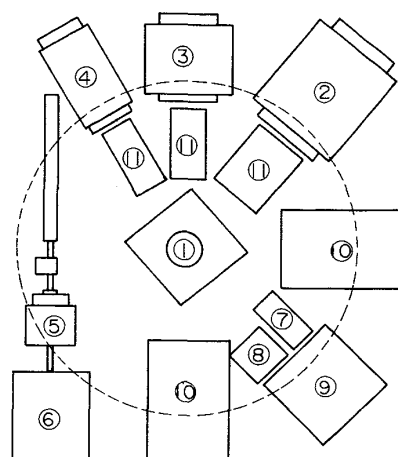
*² 日本鋼管(株)技術開発本部 (Engineering, Research and Development Division, Nippon Kokan K.K.)

と元素分析の全硫黄分析を選定した。

Table 1 は、今回自動化を行った分析項目の内容である。石炭類およびコークス類工業分析の水分 (IM)、揮発分 (VM)、灰分 (Ash) の定量は減量法により求める。Table 1 に示す条件で、電気炉により加熱処理を行い、前後の分析試料重量変化から各成分の分析値を求める。元素分析の全硫黄 (TS) 定量は、試料を入れた磁製ボートを電気炉へ挿入して、試料を酸素気流中で燃焼させ、発生した亜硫酸ガスを過酸化水素水溶液に吸収させ、硫酸として固定し、中和滴定を行う。滴定終了までに消費された水酸化ナトリウム量から試料中の全硫黄量を算出する。

3. 装置の構成

装置の構成を Fig. 1 に示す。Table 2 は装置の概略仕様である。装置は中心部に多関節型汎用ロボットを置き、周辺部に電気炉・容器載台 (トレイ)、試料槽移動装置、自動天秤、振動台、自動硫黄分析装置がロボットを中心とする同心円上に配置された構成となっている。



① Robot ② Electric furnace for ash ③ Electric furnace for volatile matter ④ Electric furnace for moisture ⑤ Electric furnace for sulfur ⑥ Sulfur analyzer ⑦ Balance ⑧ Vibrator ⑨ Moving apparatus of sample ⑩ Moving apparatus of vessel ⑪ Insertion tray for vessel

Fig. 1. Layout of automatic apparatus for proximate analysis and total sulfur analysis of coal and coke.

Table 1. List of analytical items.

Analytical items	Inherent Moisture (IM)	Volatile Matter (VM)	Ash	Total Sulfur (TS)
Specification	JIS M 8812 Methods for proximate analysis of coal and coke	JIS M 8812	JIS M 8812	JIS M 8813 Method for ultimate analysis of coal and coke
Method	Loss in weight	Loss in weight	Loss in weight	Combustion and titration method
Heating temperature	Coal $107^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ Coke $200^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$	$900^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$	Heating pattern by JIS M8812 $815^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$	Heating pattern by JIS M8812 1350°C
Treatment time	Coal 1 h Coke 4 h	7 min	5 h	15 min
Vessel (Size mm)	Glass capsules ($40\phi \times 20$)	Pt crucible with lid ($25\phi \times 30$)	Porcelain capsules ($65 \times 45 \times 10$)	Porcelain capsules ($90 \times 15 \times 10$)

Table 2. Summary of specification.

Equipment	Name of apparatus	Specification
Computer system	CPU Disk Process input output Cathod ray tube, Key board Type writer	Memory 128KB, Language EDL Fixed disk 9.3MB PIO input point 80, output point 80 Character display Serial printer
Robot	—	Degrees of freedom 6 axials Work piece weight 10 kg Procedure, Teaching playback method Driving method, Electric servo drive
Electric furnace	Furnace for IM Furnace for VM Furnace for Ash Furnace for TS	Muffle type furnace ditto ditto Electric tube furnace
Balance	—	Maximum weighing 160 g Sensitivity 0.1 mg
Moving apparatus of sample	—	Turn table type
Vibrator	—	Variable vibrating time method
Moving apparatus of vessel	—	Horizontal moving type

3.1 自動化のシステム

Fig.2 に全体のシステム構成を示す。計算機と各機器とは、PIO (Process Input Output) で接続され、計算機が、各機器の状態管理、動作指令と動作完了信号によるシーケンス制御、分析の進捗管理を行っている。

Fig.3 に計算機のソフトウェア構成を示す。本システムのソフトウェアは、画面処理、シーケンス処理、計算処理および印字処理から構成されている。また、シーケンス処理の中には、異常処理が組み込まれている。機器

に異常が発生した場合、監視プログラムが検知し、制御シーケンスを中断させる。オペレーターによる異常状態復帰後、再スタートさせると、中断したときの分析工程からただちに処理が再開される。オペレーターが試料容器に測定サンプルを入れて、容器台にセットし、CRT キーボードより試料銘柄および分析項目をキーインしてスタートをかけると、分析結果、帳票出力まで、一連の分析作業が全自動で進行する。

本装置では、各分析項目ごとに処理時間が異なるため、

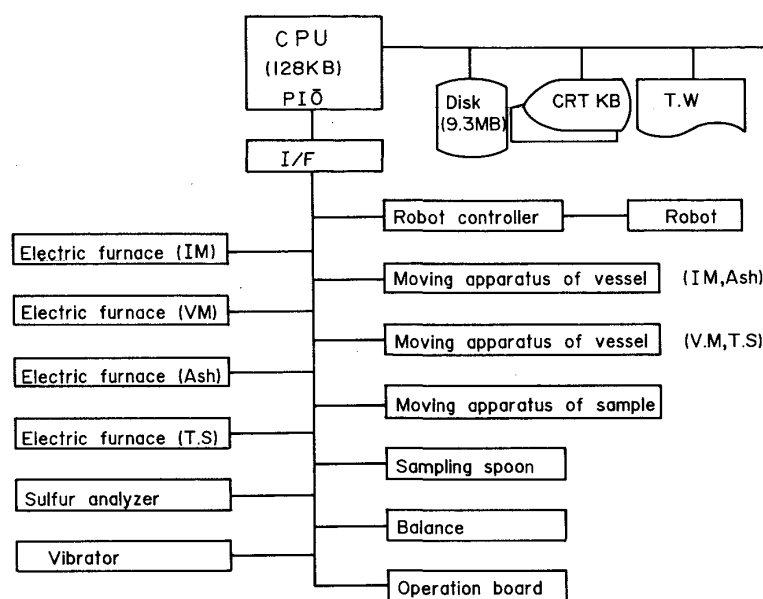


Fig. 2. Constitution of system.

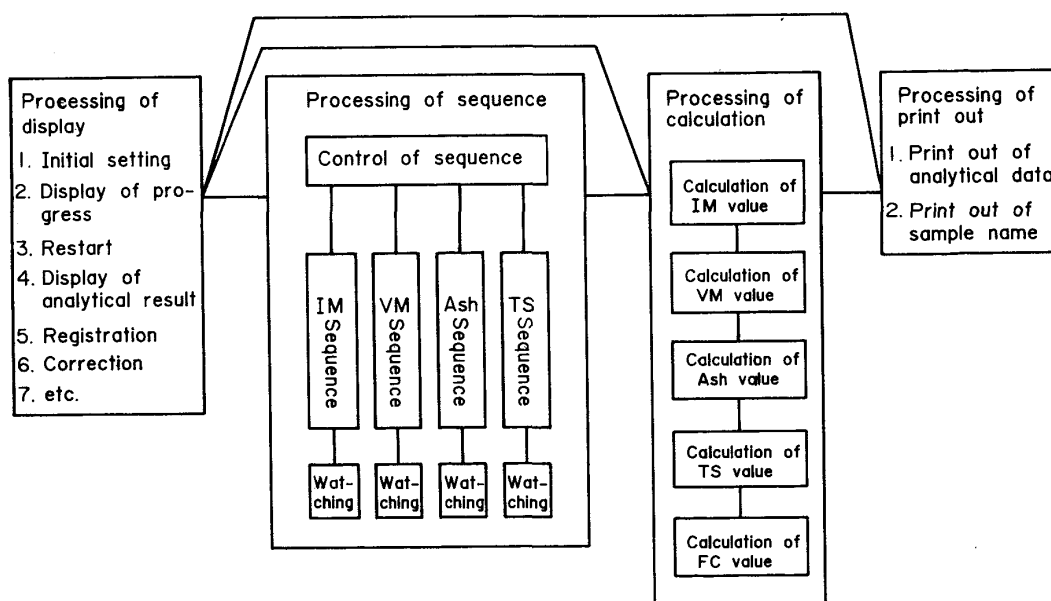


Fig. 3. Constitution of software.

1 回 に電気炉に挿入する適正サンプル本数を決めて、処理する方式とした。Fig.4 は、運転サイクルごとの、タイムスケジュールである。

本装置では、最大 20 本のサンプルを、全分析項目について、約 6 h で分析できる能力をもっている。

3.2 ロボットの機能

JIS 法の石炭類およびコークス類工業分析の処理方法、手順は、人間の手作業操作を前提として、規定されている。

今回、自動化する上でかなめとなるロボットは、人間

の腕と同じ動きができる。多関節型の汎用ロボットを採用した。手作業の場合、触覚、視覚、聴覚などを駆使し、つかみ加減、スピード、位置の調整、処理の程度などをコントロールすることが可能であるため、周囲の条件変化には、比較的容易に対応できる。ロボットは、これらの機能を持っていないため、最適な動作をプログラム化した。容器の位置など周囲条件は、変動しないように固定した。ロボット動作が、周辺設備と干渉しないで、移動空間が確保できるように工夫した。

Fig.5 は、手分析と自動分析の処理工程比較である。

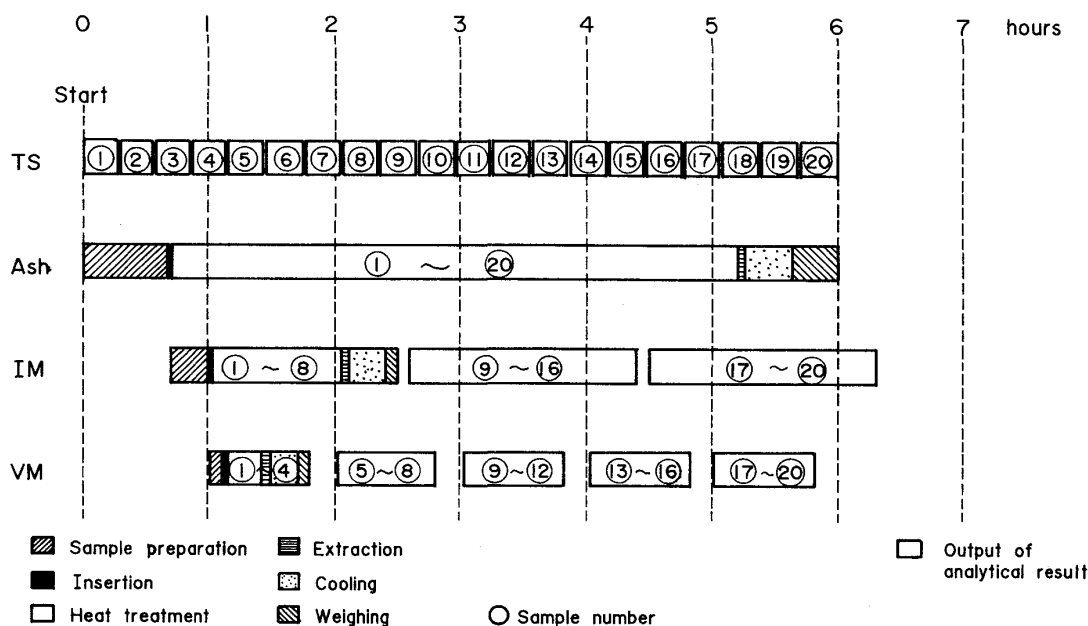


Fig. 4. Time schedule of analysis.

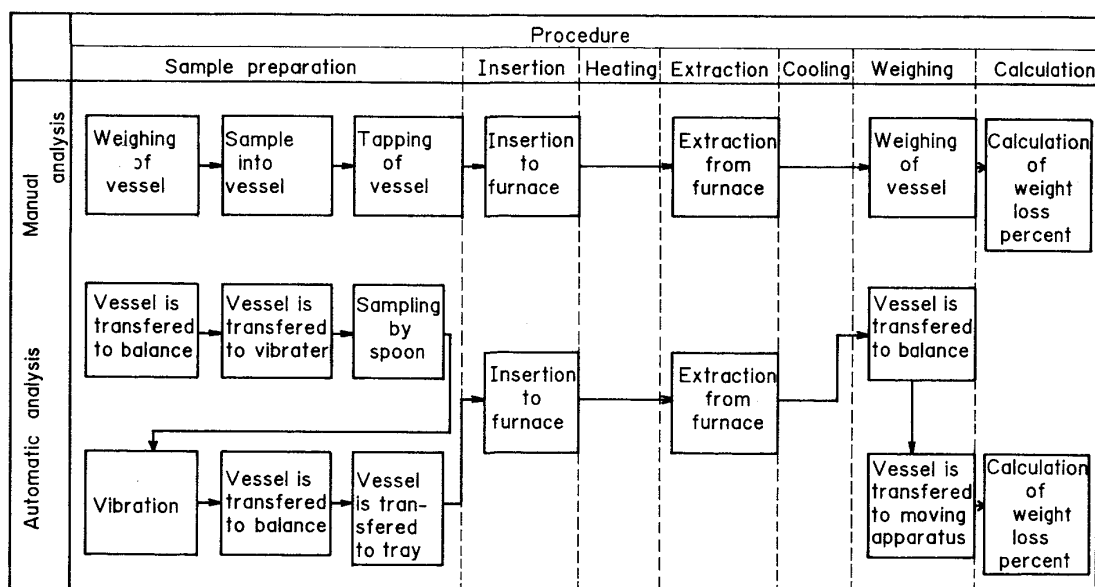


Fig. 5. Comparison of treatment process of automatic analysis with manual analysis.



Photo. 1. Handling of porcelain capsules.



Photo. 2. Sampling of coal sample by spoon.

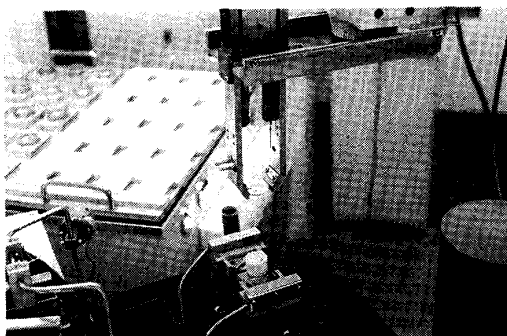


Photo. 3. Handling of lid of VM vessel.



Photo. 4. Extraction of tray.

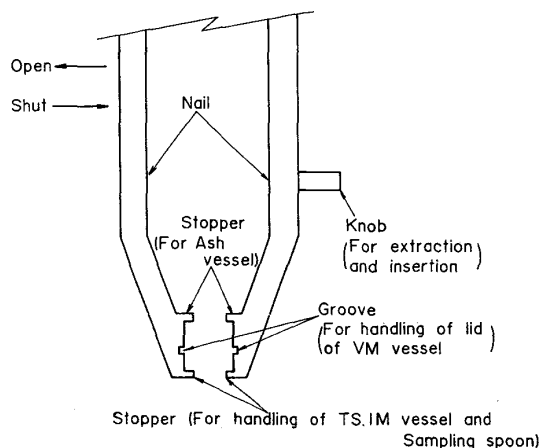


Fig. 6. Configuration of robot hand.

処理工程で、大きく異なっている個所は2点ある。1点目は試料調製工程の天びん上で、試料投入を行う動作である。この動作は、ロボットの動作ポイントを非常に増加させることになるので、秤量と試料投入の場所を分離した。2点目は容器内の試料をならす作業についてで、専用の振動台を設置したことである。

ロボットの主な動作として、Photo.1に容器ハンドリング、Photo.2に試料サンプリング、Photo.3に揮発分測定用容器のふたの脱着、Photo.4に電気炉への挿入、抽出状況を示す。

3.3 ロボットハンドの設計

ロボットハンドは、形状の異なる容器のハンドリング、定量サンプリング、揮発分測定用容器のふたの脱着、電気炉への挿入、抽出などの一連の作業を一個のロボットハンドで可能とするため、先端形状を工夫し、Fig.6に示すような構造とした。

Photo.1からPhoto.4を例に説明すると、Photo.1の揮発分測定用容器のハンドリングは、ハンド先端上部のストッパーを利用し、ふたに干渉することなく、ハンドリングを可能にした。Photo.2の試料サンプリングは、サンプリングを行うためのスプーンを、ハンド先端の上下ストッパー間で保持し、安定が保たれるようにした。

Photo.3の揮発分測定用容器のふたの脱着は、上下のストッパー間につけた溝を利用し、薄い円形のふたが確実につかめるようにした。Photo.4の電気炉への挿入、抽出は、爪の一方に取り付けたノブを、電気炉挿入、抽出用の容器載台（トレー）にあけた穴に挿入し、トレーの電気炉内への押し込み、引き出しが可能のようにした。

3.4 全硫黄の自動分析

ロボットハンドでサンプリングされた分析試料は、磁製ボートに投入される。磁製ボートはロボットハンド

によつて搬送され、自動秤量後、自動硫黄分析装置の試料自動挿入部にセットされる。セットされた分析試料は、自動的に予熱してから管状電気炉へ挿入される。分析試料は酸素気流中で燃焼される。試料中の全硫黄は亜硫酸ガスになり、ガス吸収槽中の過酸化水素水に吸収されて、硫酸として固定される。吸収槽中の硫酸を、水酸化ナトリウム溶液槽から、電動ビュレット、定量ポンプによつて送られてきた、水酸化ナトリウム標準溶液で滴定する。

反応終点は、ガラス電極による酸化還元電位の変化で検出する。酸化還元反応が終了するまでに消費された水酸化ナトリウム標準溶液量を、定量ポンプで計算し、試料中の全硫黄を算出する。

4. 分 析 精 度

今回開発した全自動分析方法が、操業管理データとして、問題なく使用できる分析精度と信頼性があるかどうかの検討を行った。

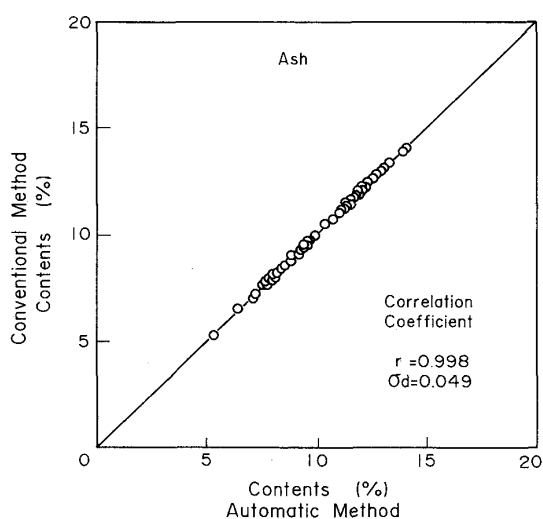


Fig. 7. Relationship between conventional method and automatic method.

Fig. 7 は灰分の従来法と全自動分析法との相関を示したもので、相関係数は $r=0.998$ 、2 方法間の差の標準

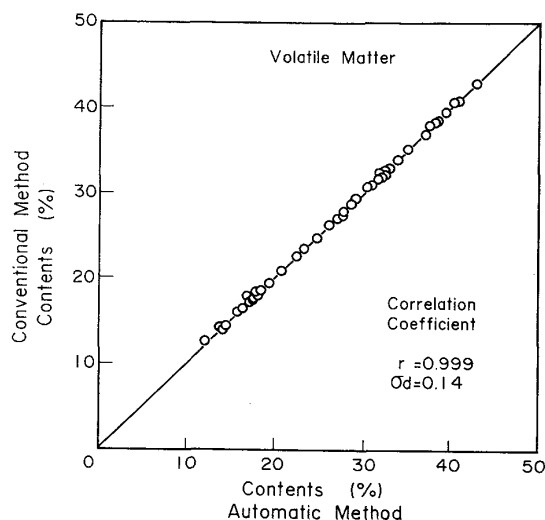


Fig. 8. Relationship between conventional method and automatic method.

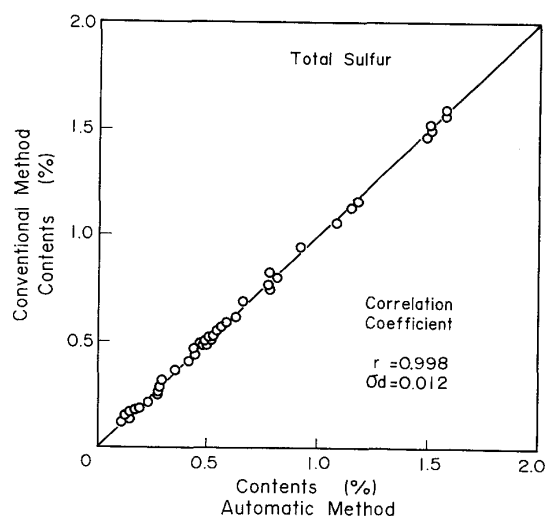


Fig. 9. Relationship between conventional method and automatic method.

Table 3. Comparison of the precision of automatic method with manual method.

$n=20$

		VM%		Ash%		TS%	
Automatic method		Sample A	Sample B	Sample A	Sample B	Sample A	Sample B
	$\bar{x}$	17.71	31.47	7.81	10.46	0.29	1.08
	σ	0.0886	0.0777	0.0375	0.0378	0.0052	0.0057
Manual method	CV%	0.50	0.25	0.48	0.36	1.76	0.53
	$\bar{x}$	17.71	31.46	7.80	10.46	0.29	1.08
	σ	0.1261	0.1326	0.0428	0.0371	0.0095	0.0126
	CV%	0.71	0.42	0.55	0.35	3.24	1.17

偏差は $\sigma_d = 0.049\%$ である。Fig. 8 は揮発分の例で、 $r = 0.999$, $\sigma_d = 0.14\%$ である。Fig. 9 は全硫黄分の例で、 $r = 0.998$, $\sigma_d = 0.012\%$ である。いずれも 2 方法間には高度の相関があり、有意差がないことが確認された。

測定精度についても、天秤の秤量時の読み取り誤差、滴定終点の読み取り誤差、電気炉内への挿入位置のばらつきなどが低減されたことによつて、ロボットによる全自動分析法の繰返し分析精度のほうが従来法と比較して、Table 3 に示すように良好であることがわかつた。

5. 結 論

石炭類およびコークス類工業分析と全硫黄分析の全自動化装置を開発し、次の結果が得られた。

(1) ロボットの動作は、ソフト処理であるため動作ポイントやハンドリング位置などの修正が容易である。機器間の容器搬送はロボットが行うため、コンベアーなどの接続装置が不用で、全体がコンパクトに設計できた。

(2) JIS に規定された操作と同一の方法で、自動化が達成できた。

(3) 自動化されたことにより測定の個人差が消えて、測定精度が向上した。

文 献

- 1) 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
- 2) C. KARR: Analytical Methods for Coal and Coal Products I (1978), p. 580, II (1978), p. 669 [Academic Press, New York]
- 3) JIS M 8812 (1976)
- 4) JIS M 8813 (1976)