

冷間圧延油・管理オンライン分析計の開発

森 敦*・白田 典夫*・妹尾 健吾*・浅野 弘揮*・森川 誉弘*・瀧 文男*・香川 陽*

Development of Management On-line Analyzers for Cold Rolling Oil

Atsushi MORI, Norio SHIRATA, Kengo SENOO, Kouki ASANO, Yoshihiro MORIKAWA, Fumio TAKI and You KAGAWA

Synopsis : It is well known that the quality control of cold rolling oil is very important. In order to keep quality of strip surface, coolant and iron concentration of cold rolling oil, and coating oil value were measured by chemical analysis. But it was not enough to keep quality. Because it needed long time and was not often carried out. So management on-line analyzers for cold rolling oil have been developed, consisting of fully automatic coolant concentration measuring system, magnetic balance system and coating oil analysis system.

Coolant concentration measuring system : After the cold rolling oil was resoluted by acid addition and was centrifugal separated, and the surface oil measured by picture treatment method.

Iron concentration analysis system : The iron concentration was measured by the magnetic balance method.

Coating oil analysis system : After irradiate the ultraviolet rays for a sheet, measure the fluorescence from coating oil.

These newly developed on-line analyzers have greatly contributed to the improvement of quality control and the decrease of operators loads of the cold strip mill operation.

Key words : analysis ; analytical method ; on-line analysis ; on-site analysis ; quality control ; cold rolling oil ; coating oil ; determination of coolant ; iron and coating oil ; coolant concentration ; iron concentration.

1. 緒言

新日本製鉄(株)名古屋製鉄所冷延工場第2冷間圧延機(2 TCM)は、自動車用鋼板を主体とした冷延鋼板等月間約14万t生産している主力ミルである。BAF直送材及び後工程に連続焼鈍ライン、亜鉛メッキライン等を有しているため、前工程の2 TCMにおける鋼板の品質確保は非常に重要である。圧延油は潤滑性、鋼板汚れ、防錆等と密接な関係があり、その管理は極めて重要である。そこで日常管理として圧延油中油分及び鉄分濃度、鋼板塗油量等の測定を行っている。しかし、いずれも手分析による測定のため、操業へのフィードバックや測定頻度等に制約があり、十分な管理状態とはいえなかった。

今回、圧延油中油分、鉄分、及び鋼板塗油量の管理オンライン計を開発し、圧延油の総合管理体制を構築したのでそれらの結果を報告する。

2. 冷間圧延機操業概要

2・1 名古屋2 TCM設備概要

2 TCMの圧延油供給は前段# 1～4スタンドと後段# 5スタンド用の2つの系統を持ち、各種清浄装置で鉄分及び異物を除去しつつ圧延油を循環使用するリサキュレーション

システムとなっている。概要をFig. 1に示す。

最近の連続焼鈍系素材(高圧下率材)、高張力鋼板(ハイテン材)の増加に伴い鉄分発生量が多くなった。また、品質厳格化に伴い板形状、表面性状等の管理強化が必要になった。しかしながら、従来は圧延油中の油分濃度、鉄分濃度及び鋼板表面油分量の分析時間が長く、操業への迅速なフィードバックができなかったため、オンライン分析計の開発のニーズが高まっていた。

本報では当所における圧延油中油分濃度計、圧延油中鉄分濃度計、鋼板表面塗油量計の開発と稼働状況について報告する。

3. 圧延油油分濃度計の開発

3・1 経緯

従来、油分濃度測定は化学分析で実施していたが2時間に及ぶ煩雑な作業のため、オペレータが行うには4時間に1回の測定が限度であった。従って、圧延油中铁分濃度のバラツキに対して迅速に対応がとれず、安全サイドで管理していたためコストデメリットが生じていた。

そこで油分濃度の高精度・迅速分析計の開発が望まれていた。

エマルジョン型圧延油の自動油分濃度測定方法としては、

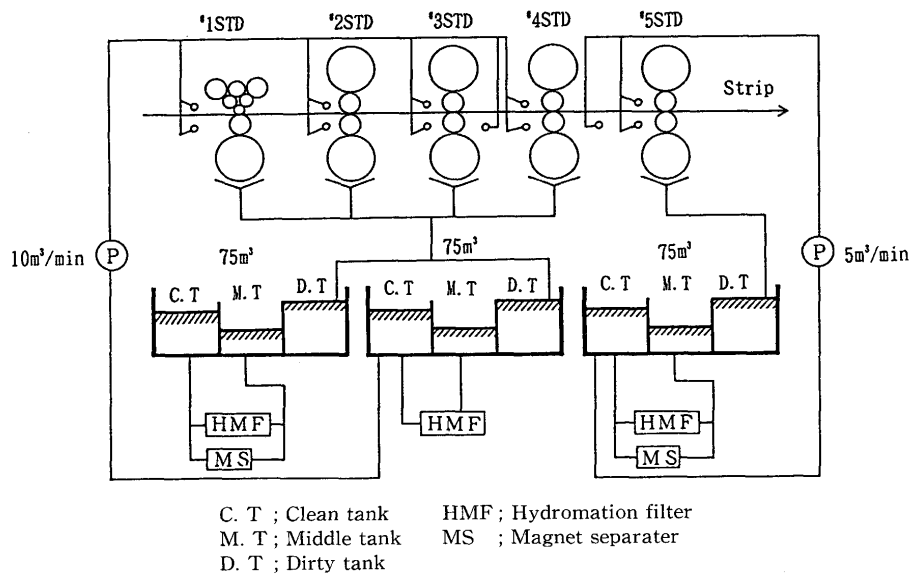


Fig.1. No.2 Tandem coolant system.

伝播音速度、光の屈折率、誘電率等を計測して間接的に測定することが行われるが^{1)~3)}、圧延油への鉄粉等の微粒子の混入、圧力・温度の変化等実操業で避けられない測定原理上の変動項目が誤差要因となる。

一方、従来より行われる化学分析法は、エマルジョン中の油分を分離し、その容量を直接測定するため信頼性が高い。そこで化学分析法を自動化した油分濃度計を開発した。

3・2 測定原理

圧延油中の乳化剤を硫酸で酸分解してエマルジョン状態を解消させた後、油分と水等を遠心分離してCCDカメラで撮影、画像処理により測定した油分容量から濃度を求める方法である。

3・3 装置構成

設備構成の概略図をFig. 2 に示した。圧延油のサンプリン

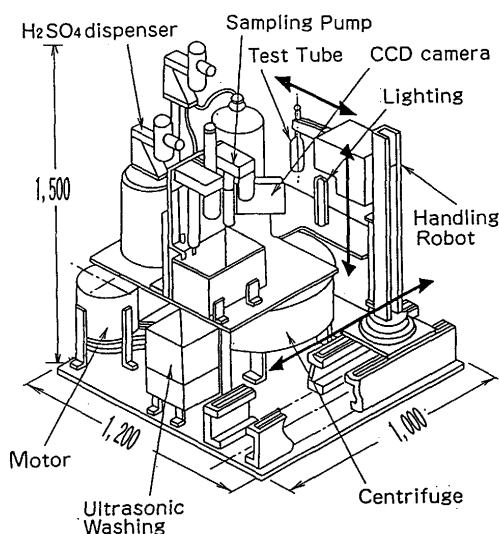


Fig.2. Schematic diagram of fully automatic coolant concentration measuring system.

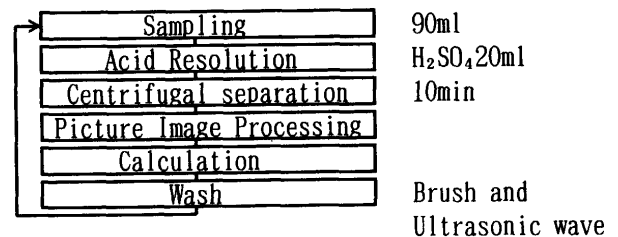


Fig.3. Flow chart of measuring system.

グから油分濃度の算出、さらに使用済遠沈管の洗浄まですべて自動化した。作業フローをFig. 3 に示す。

3・4 酸分解-遠心分離法の検討

従来は塩酸添加エマルジョン分解後、加熱、塩析剤添加、保温放置により油分を自然浮上させて油分容量を測定していた。本法では、操作の簡素化と測定時間の短縮化をねらって酸分解-遠心分離法を検討した。Table 1 に各種酸の検討結果を示す。硫酸は圧延油中の水分に接すると自ら多量の熱を発生する。これを利用して外部からの加熱なしに短時間に乳化剤の分解を行えた。

圧延油の初期温度と硫酸の添加速度の関係をFig. 4 に示した。圧延油量を90mlに固定して実験を行ったところ、硫酸の添加速度が早い場合は突沸して遠沈管から試料があふれた。また、ゆっくり添加した場合は発熱温度が低く、エマルジョン分解が不十分であった。装置にサンプリングした圧延油の温度は約40℃であり、硫酸添加速度10ml/minが最適であった。

Table 1. Comparison of acid.

Acid	Temp.(°C)	Resolution
H ₂ SO ₄	85	Good
HCl	45	Bad
HNO ₃	45	Bad

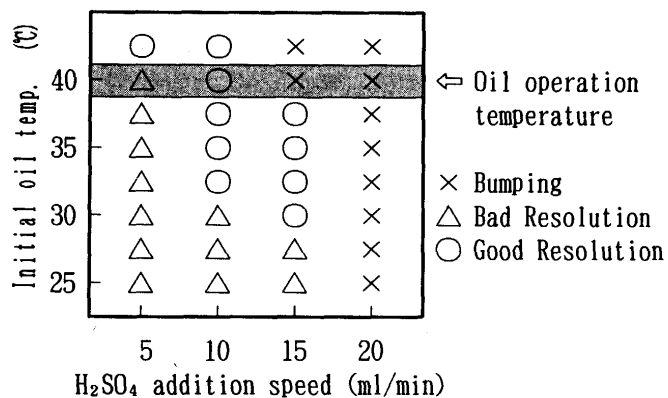


Fig.4. Relationship between H₂SO₄ addition speed and Initial oil temperature.

3・5 油分濃度の画像処理法の検討

本装置では油分容量の読み取りに画像処理法を適用した。Fig. 5 に示すように遠心分離後の圧延油サンプルは遠沈管内で、油分、スカム(ごみ)、水の3層に分離する。図中右に示した輝度分布曲線は3層に分離したサンプルの画像をCCDカメラで撮影し、垂直方向各位置におけるサンプルの輝度(明るさ)を示したものである。油層判定にあたって油層の上下界面の輝度は、操業中の圧延油の状態によって変わる。そこで測定毎に油層の輝度に対応したしきい値を設けて補正した。Fig. 6 に画像処理フローを示す。この結果、圧延油の状態変化に関係なく安定した測定を可能とした。

3・6 まとめ

本法によるサンプリングから油分量算出までの分析時間は24分であり、従来の手分析の2時間より大幅に短縮できた。

本法の定量下限は0.3%、分析精度は±0.08% at 3%である。

本装置は平成元年7月から実機稼働中であり、圧延油濃度の安定化、圧延油原単位の向上、作業能率向上が図られた。

4. 圧延油中铁分濃度計の開発

4・1 経緯

冷間圧延油中の鉄分は、圧延後の鋼板表面の清浄性確保

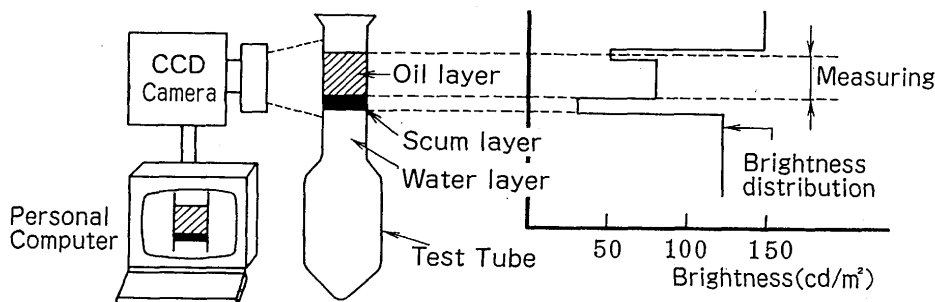


Fig.5. Way of measuring the thickness of oil layer.

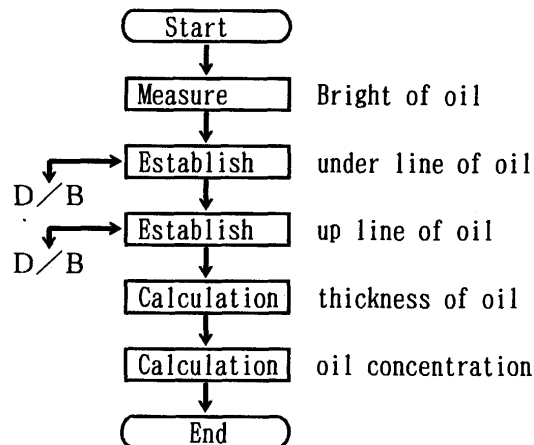


Fig.6. Chart of calculating oil concentration.

の観点から重要なため、定期的に分析して一定範囲内に管理している。一般に圧延油中铁分の分析には、一定量の圧延油を蒸発乾固、灰化、酸溶解後、原子吸光度計で鉄の吸光度を測定して鉄分濃度を算出する方法が広く用いられている。また、加熱酸分解後呈色させた溶液を自動吸光度計で測定する方法も報告されている⁴⁾。しかしながら、これらの手法は化学分析のため分析時間が長く、また、技能習熟を要するため工場のオペレーターが分析することは困難であった。そこで、冷間圧延油中铁分をラインサイドで簡便、かつ迅速に工場オペレーターが測定できる磁気天秤法の開発を行った。

4・2 測定原理

本法は、冷間圧延油を入れたガラス製密閉容器を電子天秤に乗せ、磁石を上方より接近させる。このとき圧延油中の鉄が磁石に吸引されて容器を持ち上げようとするため、重量が減少する。この減量値と圧延油中の鉄分量とに相関のあることを利用して分析する方法である。

4・3 装置構成

装置構成の概略図をFig. 7 に示した。本装置は重量測定用電子天秤、ガラス製密閉容器、鉄分吸引用磁石、マイクロコンピュータ、プリンターからなる。本システムは、冷間圧延油を入れたガラス製密閉容器を電子天秤に乗せて測定した初期重量と、ガラス容器に磁石を上方から一定距離に接近後の重量との差を求め、別途作成した検量線から圧延

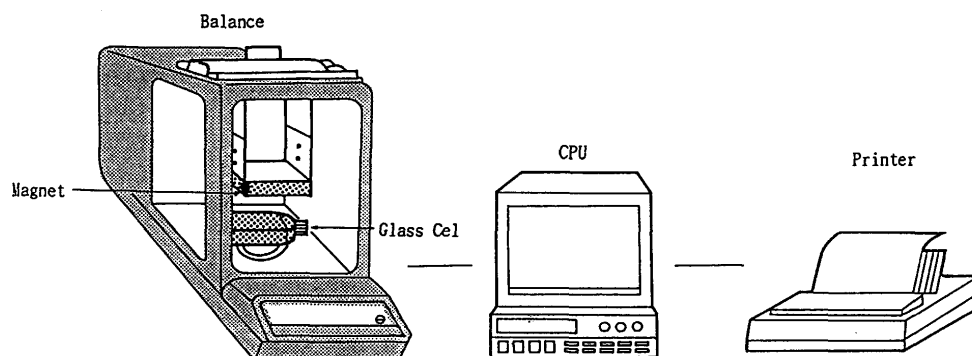


Fig.7. Schematic diagram of magnetic balance system for measuring iron concentration.

油中の鉄分量を算出する。

4・4 磁気天秤法の検討

圧延油を内容積50mlのガラス製密閉容器に気泡が入らないように分取し、永久磁石を容器に接近保持させて実験した。Fig. 8に磁力と重量値の変化量との関係を、Fig. 9に磁石保持時間と天秤値の変化量との関係を示す。

油中の鉄分量1000ppmは10分、200ppmは5分間2000ガウスの磁石を保持すれば精度よく分析できた。

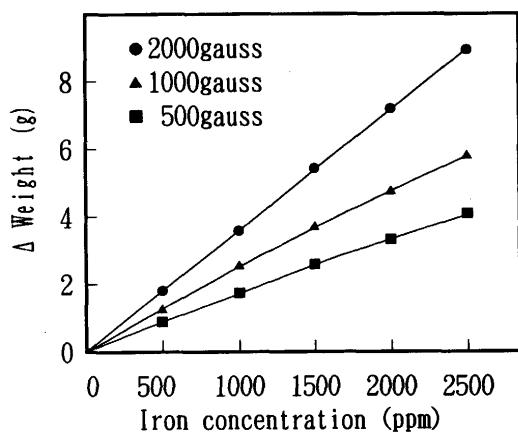


Fig.8. Effect of magnetic force for iron concentration and Δ weight.

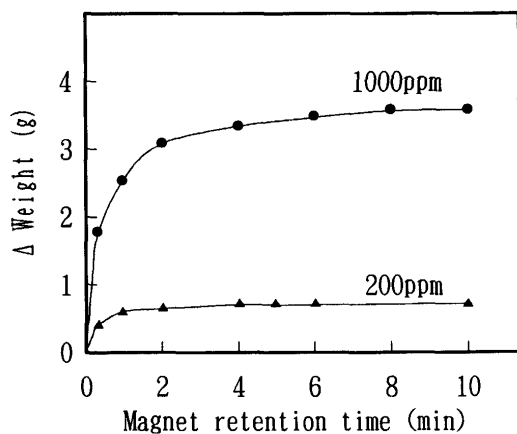


Fig.9. Relation between magnet retention time and Δ weight.

4・5 検量線の作成

圧延油中には、磁石に吸引されない鉄石鹼等の鉄分が存在するため補正が必要である。圧延油中に含まれる鉄石鹼などの割合は、圧延油入替え後数日でほぼ一定になることから容易に補正できた。Fig.10に検量線を示す。

本法の定量範囲は10~2000ppmであり、圧延油は鉱物油系、植物油系等の油種によらず適用できる。Fig.11に化学分

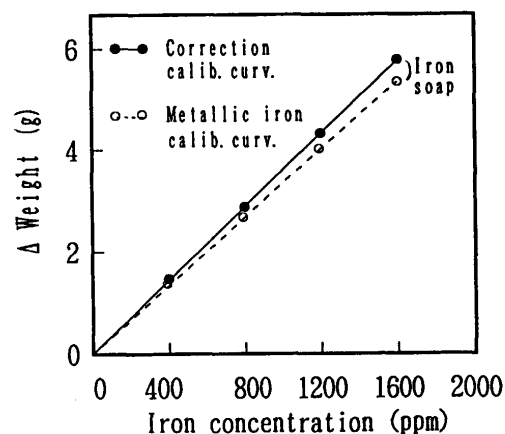


Fig.10. Calibration curve of iron.

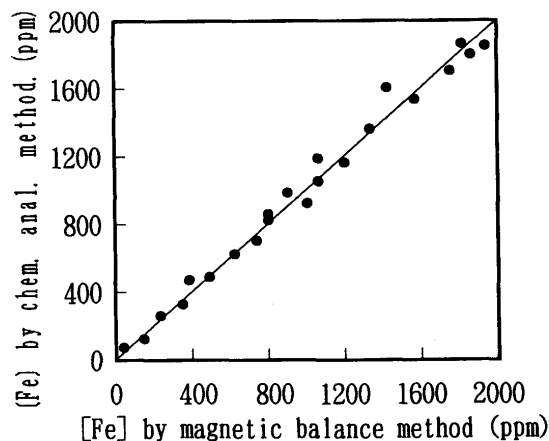


Fig.11. Relation between Iron concentration by magnetic balance method and by chemical analysis method.

析値との比較を示す。鉄分1000ppmにおける化学分析値(原子吸光光度法)との差 σ_d は ± 50 ppmとなり、操業の指標として十分精度を得ることができた。

4・6 まとめ

本法によるサンプリングから鉄分算出までの時間は10～15分であり、従来法の4時間から大幅に短縮できた。

本法の作業はサンプリング、装置セット、検量線選択、磁石セットという単純作業であるため、操業オペレーターの測定が可能となった。また、半年間化学分析と平行分析し、すり合わせした結果でも精度上問題なかった。

本装置をラインサイドに設置して鉄分濃度測定頻度を週3回から4時間毎に変更し、圧延油をきめ細かに管理した結果、冷延鋼板の品質を向上することができた。また、圧延油の除鉄作業も鉄分値をみながら操業できるため、除鉄装置の過剰運転による圧延油のキャリーオーバーを防止できた。

5. 鋼板塗油量測定機の開発

5・1 経緯

冷延鋼板の精整ラインでは、成品の防錆対策の他自動車用プレスラインの安定稼働の面から鋼板の塗油量管理は、重要な操業指標となっている。

現在は最終ラインでサンプリングした切板を分析室に運び、一定面積(10×10cm)を四塩化炭素等の溶剤を浸したガーゼで拭き取り、赤外分光光度計で鋼板塗油量(g/m²)を測定している。

しかし、この方法は時間がかかるため測定時と成品の出荷にタイムラグが生じるだけでなく、コイル全長の代表値とは言えない。以上のことから非接触型のオンライン分析計を開発した。

5・2 測定原理

防錆油等の鉱物油中に紫外線を照射すると、蛍光を発することが知られている⁵⁾。この蛍光を発する物質は、油中に含まれる芳香族炭化水素、及び芳香環のある不飽和炭化水素と考えられており、その機構は次のようである。

励起過程 $S_0 + h\nu \rightarrow S_1$ (1)

蛍光放射過程 $S_1 \rightarrow h\nu' + S_0$ (2)

S_0 : 基底状態エネルギー

h : プランク定数 6.626×10^{-34} JS

ν : 励起光波長 (Hgの場合250～300nm)

ν' : 蛍光波長 (防錆油の場合300～500nm)

5・3 装置構成

水銀ランプを光源とした紫外線は、ガラスファイバーを経て測光プローブに導かれ、鋼板上に約10mmφのスポット円として照射される。発せられた蛍光は、測光プローブ、ガラスファイバー、バンドパスフィルターを介してフォト

カウンターに導かれ、蛍光強度が測定される。以下パソコンであらかじめ作成してある検量線から、塗油量を求める。装置構成をFig.12に示す。

5・4 測定波長の選択

水銀ランプを励起光源に用いる場合において防錆油から発せられる特性波長をFig.13に示す。油種により適当な測定波長を選択する必要がある、今回はバンドパスフィルターに340～380nmの波長選択性に優れたものを使用した。

5・5 妨害光の削除

紫外線を照射すると、Fig.14に示す⁶⁾ように(2)式による蛍光の他に励起光の拡散、反射が起こる。このため反射光、拡散光をカットする最適な入射角、反射角を求めた。Fig.15に示すように鋼板と測光プローブの角度を50°～90°で検討した結果、70°が最適であり、また、受光距離は30～70mmが最適であった。

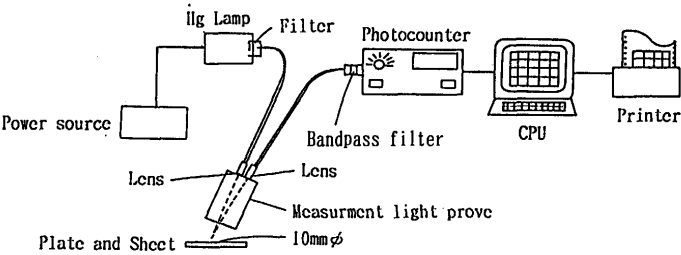


Fig.12. Schematic diagram of coating oil analysis system.

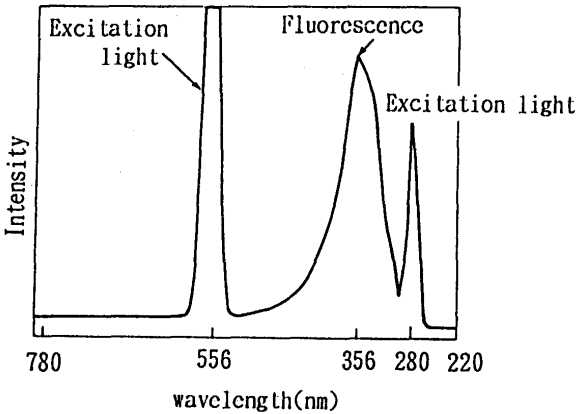


Fig.13. Characteristic wavelength.

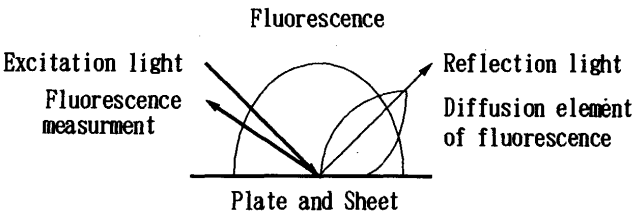


Fig.14. Diffusion and fluorescence from excitation light.

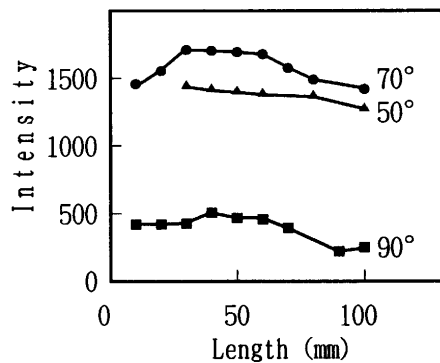


Fig.15. Relation between measurement length and fluorescence intensity.

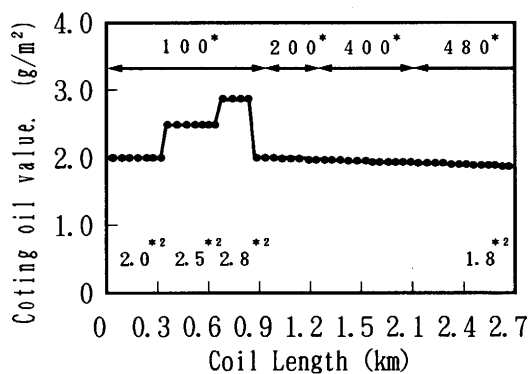


Fig.16. Effect of line speed.
*Line speed (m/min) *2 I. R. Anal. value

5・6 実機テスト

精整ラインで通板速度を変えて塗油量を測定した。板の一部を切り取り、現行法（赤外分光光度法）で測定した値と比較した。Fig.16に示すように本法は、通板速度の影響を受けずに精度良く測定できることがわかった。

検量線はFig.17に示すように鋼種により層別される。また、同一油種における鋼板粗度の影響は正確度で分析値の10%以内であった。

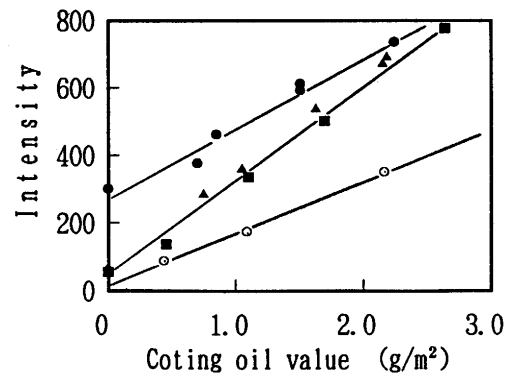


Fig.17. Calibration curve of coating oil value.

● ■ Plating sheet
▲ ○ Cold rolling sheet

5・7 まとめ

本装置は適当な受光角度、距離の設定及び油種の分別管理を行なうことで、ライン速度の影響も少なく、鋼板の塗油むらにも追従する優れた方法である。本報では防錆油について述べたが、2 TCM通板後のコイルについても十分対応できることを確認した。

6. 結言

冷間圧延油中の油分濃度計、鉄分濃度計及び鋼板塗油量計の3種類の管理オンライン分析計を開発した。

今回開発した3種類の管理オンライン分析計の活用により、きめ細かな操業管理が行なわれるようになり、鋼板の品質向上と、ラインオペレーターの負荷軽減、及び製造コスト低減を図ることができた。

文 献

- 1) 国岡計夫, 福田脩三: 日本工業出版, 7 (1975), p.8
- 2) 国岡計夫, 福田脩三: 鉄と鋼, 61 (1975), p.156
- 3) 国岡計夫, 福田脩三: 鉄と鋼, 62 (1976), p.177
- 4) 浜本泰男, 江口 克, 河村正孝, 藤懸洋一, 百武秀明, 緑川正博: 材料とプロセス, 4 (1991), p.485
- 5) 蓮沼 宏: 光沢, (1955), p.41 [コロナ社]
- 6) 木下一彦, 御橋廣真: 蛍光測定, (1983), p.3[学会出版センター]