

實驗計劃法에 의한 石灰石 sampling 法の 合理化

朴 炳 哲

<雙龍洋灰東海工場品質管理室長>

金 勇 瑞

<雙龍洋灰東海工場品質管理室參事>

(一) 2次 粗碎機 石灰石을 대상으로 하여

ABSTRACT

1. 시험의 동기

시료의 採取方法, 채취 주기 축분, 조제 방법 및 分析方法의 合理化 또는 標準化作業은 品質 관리 업무에 있어 가장 중요한 기초라 할 수 있다. 따라서 現시행 方法의 精度를 糾明하고 오차를 分解하여 고찰함으로써 시료 채취, 조제(축분), 分析 등 個別 오차를 감소시킬 方案의 1 단계 조치로서 2次 粗碎機로부터 石灰石 冶장으로 운반되는 도중의 石灰石을 model case로 선정 實驗計劃法에 의거 시험을 실시하였다.

2. 시험 일자

72. 5. 1. ~ 5. 20.

3. 시험 결과

- 1) 石灰石의 경우 現제 사용하고 있는 試料 採取, 축분 및 分析方法은 精度(β) $\pm 1.93\%$ 로 精度基準 $\pm 2\%$ 를 만족한다.
- 2) 그러나 increment間 誤差 및 分析工間의 誤差는 크다. 따라서 이들의 精度 向上方案의 모색이 불가피하다.
- 3) lot間에는 品位 변동이 크다. 따라서 lot간 品位 변동에 대한 보다 면밀한 조사와 premixing 方法의 철저한 研究 檢討를 필요로 한다.
- 4) 標準化 문제는 上記 2가지를 주대상으로 한 2단계의 실험·연구·검토를 거쳐 확정하여야 했다.

적인 項目이다.

I. 서 언

시료 채취 방법(sampling method), 시료 채취의 주기(sampling interval), 축분(reduction), 조제 방법(preparation) 및 分析方法의 合理化, 標準化作業은 品質管理業務의 기초적이고 근본

따라서 現시행 方法의 精度調査 및 誤差를 分解하여 誤差를 감소시키는 方案을 설정하고 이를 근거로 당공장의 시료 채취 조제 分析方法을 標準化할 목적으로 實驗計劃法(nested design)을 적용하여 시험을 실시하고자 한다.

시멘트 제조 工程에서의 시료 채취 조제 分析 業務는 제조 工程別로 ① 채광 ② 原料粗碎 工程 ③ raw mix control 工程 ④ burning 工程 (clinker) ⑤ 燒塊粉碎 工程 (mill cement) ⑥ 포장 工程 ⑦ 기타 工程 (副原料 수입 검사 등등) 으로 分類될 수 있으나 우선 1 단계로 2차 粗碎 機 (secondary crusher)로부터 石灰石 貯場으로 운반되어 오는 石灰石의 sampling, 측분, 分析 업무를 model case 로 선택하여 실험 계획법 (nested design)에 의거 본 시험을 실시하였다.

향후 raw mix control 工程 (X-ray 分析 裝置 포함), 소성 工程 (clinker) 및 燒塊粉碎 工程 (mill cement)에 대해서도 계속 시험·검토하여 표준화할 예정이다.

II. 시험의 目的

1. 현방법의 정밀도 파악
2. sampling 측분, 分析 工程의 오차 분해 및 그 精度 파악
3. 標準化 문제 검토

III. 實驗日程 ; 72. 5. 1~5. 20

1. 예비 실험 ; 72. 5. 1~5. 8
2. 1차 본실험 ; 72. 5. 9~5. 15 (재현성 검토 차 재시험)
3. 2차 본실험 ; 72. 5. 16~5. 20

IV. 실험 방법

1. model case 선정

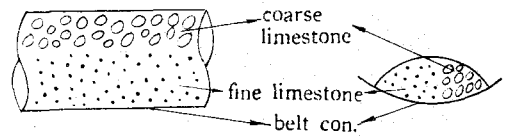
2차 粗碎 機 (secondary crusher)에서 석회석 貯場 (limestone storage)으로 운반되는 석회석을 model case 로 선정하여 $CaCO_3$ 를 측정·分析 하였다.

2. sampling 방법

- 1) lot size ; 2時間 운반량 (ab, 1,000 톤)
- 2) No. 11 belt conveyor (2차 粗碎 機 뒤)의 belt 上에서 每 30분마다 2 increment씩 (計 8 increments) sampling 하여 2時間分을 모아 合併 시료 (ab, 3 kg)로 하며 3 lot 에 대해 실시한다 (A_1, A_2, A_3).

3) sampling 要領

belt conveyor 로 운반 도중 belt 上에서 微粒 石灰石 (fine limestone)과 粗粒 石灰石 (coarse limestone)으로 分離되므로 (<그림-1> 참조) fine 및 coarse 에서 각각 1 increment씩 sampling 한다.



<그림-1> 石灰石 운반 상태

4) 하루 중 random 하게 2 시간分을 선정하여 sampling 한다.

5) 매일 1회씩 3일간 실시한다.

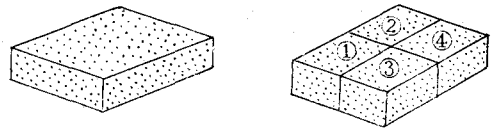
3. 측분 1 (B_1, B_2)

1) 上記 3 kg 의 limestone 을 전량 실험실 jaw crusher 에서 粗碎한다.

2) 粗碎한 limestone 을 혼손으로 2回 hand mixing 한다.

3) 4分法을 적용 측분 시료와 기각 시료의 유의성을 비교하기 위해 ①, ④를 취하여 측분 시료 (B_1), ②, ③을 취하여 기각 시료 (B_2)로 한다 (<그림-2> 참조).

4) B_1, B_2 에서 각각 4分법을 4回 반복 실시하여 200 g씩 취한다.



<그림-2> 4分법 (기각 시료와 측분 시료)

4. 측분 2 (C_1, C_2)

1) 上記 200 g 의 시료를 미분쇄기 (pulverizer)에서 2回 반복 미분쇄한다.

2) 4分法을 적용 B_1, B_2 에서 각각 ①, ④를 취하여 C_1 , ②, ③을 취하여 C_2 로 하고 (<그림-2> 참조) 4分법을 각각 5回 반복 실시하여 10 g씩을 취해 分析 시료로 한다.

3) 10 g 의 시료를 유발에 넣어 미분쇄하여 0.5 g씩을 2회 취해 각각 2回 分析한다 (D_1, D_2).

5. 分析

1) 난수표에 의하여 random 하게 分析한다.

2) 同一 分析工으로 하여금 E.D.F.A 法으로 分

析한다(1, 2 차別 分析工은 다르다).

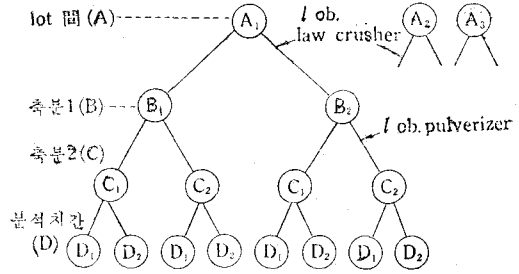
6. 因子, 水準 diagram

上記 시험 방법을 시험 인자와 수준으로 나누어 알기 쉽게 표시하면 <그림-3>과 같다.

V. 시험 결과 ; <表-2> 參照

M. 고찰

1. 分散分析法에 의한 유의성 고찰



<그림-3> 因子, 水準 diagram

<表-1>

試驗 結果 表

(單位 : CaCO₃ %)

		예 비 시험			1 차 본 시험			2 차 본 시험			
		A ₁	A ₂	A ₃	A ₁	A ₂	A ₃	A ₁	A ₂	A ₃	
B ₁	C ₁	D ₁	84.1	84.3	85.3	88.5	86.6	87.8	83.9	86.6	86.0
		D ₂	84.1	84.6	84.6	88.5	82.8	88.4	84.6	87.6	86.4
	C ₂	D ₁	83.2	84.1	83.9	88.5	82.5	87.3	84.3	86.4	86.8
		D ₂	83.7	84.1	84.3	88.5	82.8	89.1	84.6	86.0	87.1
B ₂	C ₁	D ₁	82.6	82.3	83.5	87.8	83.7	90.0	84.8	87.1	87.1
		D ₂	83.0	82.1	83.0	88.2	82.1	87.8	84.6	87.1	87.1
	C ₂	D ₁	83.9	83.9	85.1	87.8	82.6	90.1	84.6	87.5	87.3
		D ₂	83.4	83.9	85.1	87.8	83.5	90.7	84.6	87.6	88.4

<表-2>

分散 分析 表

要 因	ss	df	ms	Fo	E(ms)	비 고		
예 비 시험	A	3.27	2	1.64	1.27	$\delta^2_E + \delta^2_{C(AB)} + 4\delta^2_{B(CA)} + 8\delta^2_A$	기술적으로 고려할 때 축분 2(미분쇄 혼합 후의 축분)는 유의차가 있을 수 없는데 反하여 고도로 유의차가 있는 결과가 나온 것은 시험 도중 결함이 있음을 의미한다. 즉 재시험을 요한다.	
	B(A)	3.87	3	1.29	1.1			$\delta^2_E + 2\delta^2_{C(AB)} + 4\delta^2_{B(CA)}$
	C(AB)	8.33	6	1.39	20.0*			$\delta^2_E + 2\delta^2_{C(AB)}$
	E	0.79	12	0.07				δ^2_E
	計	16.28	23					
1 차 본 시험	A	147.50	2	73.8	36.9*		① lot 간 고도로 유의차 있음 ② 재현성 검토를 위해 재시험	
	B(A)	6.0	3	2.0	1.8			
	C(AB)	6.67	6	1.11	1.26			
	E	10.53	12	0.88				
	計	17.07	23					
2 차 본 시험	A	33.40	2	16.70	16.2*		① lot 간 고도로 유의차 있음	
	B(A)	3.10	3	1.03	3.2			
	C(AB)	1.9	6	0.32	2.46			
	E	1.60	12	0.13				
	計	40.0	23					

A ; lot 間(級間)

B(A) ; 축분 1

C(AB) ; 축분 2

E ; 分析值間

2. 分散(誤差)分解와 검토

<表-3> 分散(誤差)分解表

	1차 본시험	2차 본시험	평균
lot 간 ($\hat{\delta}_A^2$)	9.0(3.30)	1.96(1.4)	5.5(2.2)
increment ($\hat{\delta}_{in}^2$)	0.96 (0.98)		0.96(0.98)
측분 1 ($\hat{\delta}_{B(A)}^2$)	0.22(0.47)	0.18(0.42)	0.20(0.44)
측분 2 ($\hat{\delta}_{C(AB)}^2$)	0.11(0.34)	0.10(0.31)	0.10(0.32)
分析치간 ($\hat{\delta}_E^2$)	0.88(0.94)	0.13(0.36)	0.51(0.65)
計	11.17(3.34)	3.33(1.82)	7.25(2.58)

* () 內는 誤差(표준 편차를 표시한다)

1) 측분 과정에서는 1, 2차 시험간에 차이를 발견할 수 없다.

2) lot 間의 分散 $\hat{\delta}_A^2$ 은 9.0 및 1.96 으로서 lot 間 변동이 심하다.

3) increment 間 오차는 측분 오차, 分析值의 오차로부터 계산으로 구해진다.

$$\hat{\delta}_x^2 = \frac{\hat{\delta}_{in}^2}{8} + \hat{\delta}_{B(A)}^2 + \hat{\delta}_{C(AB)}^2 + \hat{\delta}_E^2$$

$$0.93 = \frac{\hat{\delta}_{in}^2}{8} + 0.20 + 0.10 + 0.51$$

$$\frac{\hat{\delta}_{in}^2}{8} = 0.93 - 0.81 = 0.12$$

$$\therefore \hat{\delta}_{in}^2 = 0.96$$

앞에서 보는 바와 같이 increment 間의 오차는 상당히 크다. 따라서 sampling point 및 sampling 방법 개선이 必要하다.

4) 分析 오차가 1차 시험에서는 0.94, 2차 시험에서는 0.36으로 1, 2차 시험 分析工間에는 위험률 5%로 유의차가 있다.

<F 代用 검정>

$$\text{分析工(I)} \quad V_1 = \left(\frac{\bar{R}_1}{C_1} \right)^2 = \left(\frac{1.0}{1.156} \right)^2 = 0.1745$$

$$\text{分析工(II)} \quad V_2 = 0.105$$

$$k=12, C_1=1.156, \phi=10.8=11$$

$$H_0; V_1=V_2$$

$$H_1; V_1 \neq V_2$$

$$F \text{ 表에서 } \frac{V_1}{V_2} = \frac{0.1745}{0.105} = 1.66$$

$$\frac{V_1}{V_2} = 1.66 > F_{10,11}^{10}(0.05) = 2.85 > F_{12,11}^{10}(0.05) = 2.79$$

$\therefore H_0$; 기각(分析工間에 유의차 있다)

3. 精度的 檢討

1) 精度的 基準

기술적으로 고찰할 때 blending silo 에서 混合한 후 storage silo 로 인출할 때의 total carbonate 표준 편차가 0.2~0.3 이면 현장에서 만족한다(지금까지 실적의 相關分析 결과).

당공장의 경우 지금까지의 경험에 의하면 blending silo 에 입창되는 raw mix 의 T.C 표준 편차가 max. 1.0 이면 混合後 上記 0.2~0.3 을 달성할 수 있다. limestone storage 및 raw mill 에서의 mixing 을 고려하여 2 δ 를 精度的 基準으로 한다(일반적으로 표준 편차의 2배를 精度로 한다). 따라서 limestone CaCO₃ 의 精度 기준은 $\pm 2.0\%$ 로 한다.

2) 시료 조제 과정의 精度

계통 sampling 의 경우 n 개의 increment 를 모아 대량 시료로 했을 때의 精度(β)는

$$\beta = 2\sqrt{\frac{\delta_w^2}{n} + \delta_R^2 + \delta_M^2} \text{ 으로 표시된다.}$$

δ_w ; 급간 오차

δ_R ; 측분 오차

δ_M ; 分析值 오차

$$\therefore \beta = \pm 2\sqrt{\frac{0.96}{8} + 0.20 + 0.10 + 0.51}$$

$$= \pm 2\sqrt{0.93} = 2 \times 0.965 = \pm 1.93$$

기준 $\pm 2.0\%$ 는 만족하고 있다.

VII. 結 論

1) limestone(石灰石)의 경우 현재 사용하고 있는 試料 採取, 측분 및 分析方法是 精度(β) (95% 신뢰율) = $\pm 1.93\%$ 로서 精度 기준 $\pm 2\%$ 는 만족한다.

2) 그러나 increment 間 誤差 및 分析工間의 誤差는 크다. 따라서 이들의 精度 向上 方案을 모색해야 한다.

3) lot 間에는 品位變動이 크다. 따라서 lot 間 品位變動에 대한 보다 면밀한 조사와 premixing 方法的 철저한 연구·검토를 필요로 한다.

4) 標準化 여부는 좀더 연구·검토한 후 결정하여야 한다.

(一) X-ray 分析裝置에 의한 raw mix control 을 대상으로 하여

ABSTRACT

1. 시험 기간 : 1972. 7. 2 ~ 7. 15

2. 시험 결과표

	lot 간	축 분	미분쇄	성 형	분 석
오 차(δ)	2.340	0.071	0.091	0.11	0.148

3. 결 론

- 1) lot 간의 변동이 크다(오차=2.34).
- 2) 미분쇄 과정은 현재의 방법대로 일단 표준화한 후 그 추세를 검토한다.
- 3) 성형 과정은 lever stopper 를 설치한 후 표준화한다.
- 4) 축분 과정의 오차는 어느 정도 만족할 수 있으나 몇가지 문제점, mixing 및 1차 blending 생략 방법(추후에 발표 예정임)에 관한 현황 실험을 한 후 표준화한다.
- 5) 시료 조제 분석의 精度는 $\pm 0.61\%$ 로서 만족할 만한 상태이기 때문에 $\pm 0.60\%$ 를 일단 精度 기준으로 정하고 표준화하여 계속 비교·검토한다.

I. introduction

1 차로 limestone 을 대상으로 sampling 부터 조제 분석 과정의 각 오차를 분해하여 문제점(분석 공간 오차 및 increment 간의 오차) 해결 방안을 검토, 일부 실시 중이다.

2 차로 cement 제조 공정에서 가장 중요한 비중을 차지하고 있는 raw mix control 공정의 시료 채취, 조제 분석 과정(X-ray 분석 장치 포함)에 대해서도 nested design 법을 도입하여 연구 검토한 후 표준화하고자 분석시험을 실시하였다.

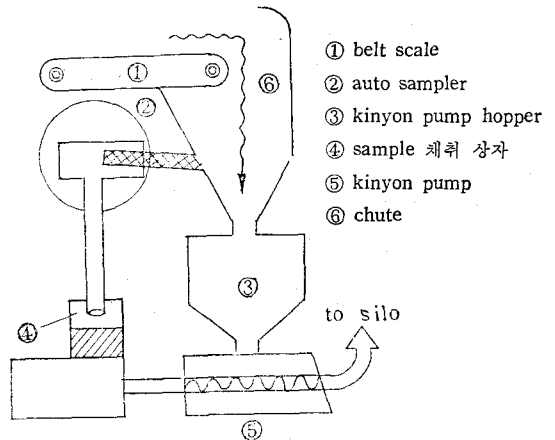
II. 목 적

- 1) 현방법의 精度 파악
- 2) 축분 분석 공정(X-ray 분석 장치 포함)의 오차 분해와 精度 파악
- 3) 분석공간의 精度 비교 및 문제 검토
- 4) 표준화 반영

III. 시험 방법

1. lot size ; 1 시간 동안의 raw mill 생산량
mill 4 대 가동시 ; 400~420 톤
mill 2 대 가동시 ; 200~210 톤
2. 각 mill 의 belt scale 하부 chute 에 설치된 air cylinder type auto sampler 에 의해 매

5 분마다 2 초 동안 자동 sampling 되어 채취 상자 ④에 모여지며(A₁, <그림-1> 참조) 시간당 mill 대당 200~300 g 씩 채취된다.



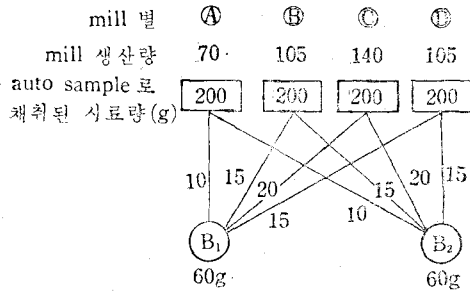
<그림-1> sampling point

3. 임의의 다른 1 시간 동안에 채취된 시료를 A₂ 로 한다.

4. 축분(reduction)

1) 각 mill 에서 채취된 시료를 각각 1 분간 hand mixing(sample can 을 shaking 함)한 후 mill 생산량 가중비로 20 g 용량의 용기를 이용 하여 60 g 씩 정량을 취한 다음 3 분간 hand mixing 하여 B₁ 으로 한다(<그림-2> 참조).

2) 공정 관리 과정에서의 기각 시료와 축분 시료간의 차이 유무 분석을 위해 A₁ 으로부터 상기의 축분 조작을 1회 더 반복하여 취한 sample 을 B₂ 로 한다.



<그림-2> 축 분 예

5. X-ray 분석용 시료 준비

채취된 raw mix 를 형광 X-ray 분석 장치로 분석하기 위해서는 특별한 sample preparation 과정이 필요하다(미분쇄 및 성형).

1) 미분쇄(pulvering); (<사진-5> 참조)

B₁, B₂ 를 1분간 hand mixing 한 다음 각각 30g씩 양분하여 C₁, C₂로 하고 di-ethylen glycol 을 도포한 vibrating mill 에서 7분간 미분쇄한다(Blaine 10,000~15,000 cm²/g).

2) 성형(tableting); (<사진-6> 참조)

1) vibrating mill 에서 미분쇄한 후 다시 각각 양분하여 D₁, D₂로 하고 150 kg/cm²의 압력을 가하여 tableting 한다(tablet size ; 40 mmφ×4.5 mmt).

6. 측 정

1) 각 tablet 에 대해 2회씩 측정한다.

2) 측정 순위는 난수표에 의거 random 하게 측정한다.

3) X-ray 분석 장치로 각 성분을 측정하여 L.S.F 를 계산, 비교의 기준으로 한다.

4) 분석공간의 오차 비교를 위해 분석공 전원(3명)에게 각각 상기의 시험을 실시한다.

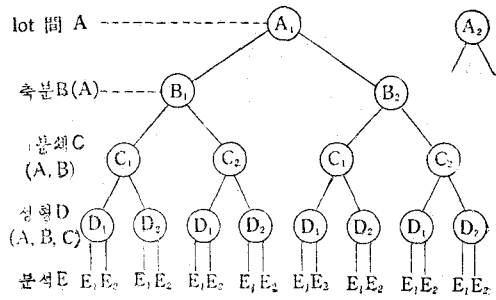
측정공(I) 측정 정도 良好

측정공(II) 측정 정도 良好

측정공(III) 측정 정도 보통

7. 因子水準 diagram

上記 시험 방법을 시험 인자와 수준으로 나누어 알기 쉽게 도시하면 <그림-3>과 같다.



<그림-3> 因子水準 diagram

IV. 시험 결과

<表-1> 시험 결과표

		分析工 (I)		分析工 (II)		分析工 (III)		
		A ₁	A ₂	A ₁	A ₂	A ₁	A ₂	
B ₁	C ₁	D ₁	94.0	93.4	99.4	104.2	82.8	87.6
		D ₂	93.9	93.1	99.2	104.0	82.7	87.5
	C ₂	D ₁	93.8	93.2	99.2	104.1	83.0	87.5
		D ₂	93.9	93.4	99.3	104.1	83.1	87.8
	C ₁	D ₁	93.9	93.2	98.9	103.7	82.9	88.3
		D ₂	93.8	93.1	98.9	103.7	83.5	86.9
B ₂	C ₁	D ₁	93.6	93.2	99.3	103.8	82.3	88.4
		D ₂	93.6	93.4	99.2	104.1	81.8	88.3
	C ₂	D ₁	93.7	93.5	99.4	103.8	82.9	87.4
		D ₂	93.7	93.5	99.1	103.6	83.2	87.4
	C ₁	D ₁	93.7	93.2	99.3	104.0	82.6	87.7
		D ₂	94.3	93.5	99.5	103.9	82.4	88.0
C ₂	D ₁	94.0	93.7	99.3	103.9	82.4	86.0	
	D ₂	93.8	93.7	99.3	103.9	82.4	86.5	
C ₁	D ₁	94.1	93.1	99.4	103.9	82.2	87.0	
	D ₂	93.6	93.3	99.4	103.6	82.4	87.2	

1. 시료는 分析工마다 다르다.

2. sampling 日字

分析工 (I) ; 72년 7월 2, 3일

分析工 (II) ; 72년 7월 5, 6일

分析工 (III) ; 72년 7월 7, 8일

V. 고 찰

1. 분산 분석법에 의한 유의성 고찰

<表-2>

分 散 分 析 表

	要 因	ss	df	ms	Fo	E(ms)
分析工 (I)	A	1.95	1	1.95	26.0*	$\delta^2_E + 2\delta^2_{D(ABC)} + 4\delta^2_{CCAB} + 8\delta^2_{BCA} + 16\delta^2_A$
	B(A)	0.15	2	0.075	4.3	$\delta^2_E + 2\delta^2_{D(ABC)} + 4\delta^2_{CCAB} + 8\delta^2_{BCA}$
	C(AB)	0.07	4	0.018	1.1	$\delta^2_E + 2\delta^2_{D(ABC)} + 4\delta^2_{CCAB}$
	D(ABC)	0.47	8	0.059	1.96	$\delta^2_E + 2\delta^2_{D(ABC)}$
	E	0.149	16	0.03		δ^2_E
	計	3.13	31			
分析工 (II)	A	172.05	1	172.05	191.2*	
	B(A)	0.18	2	0.09	1.34	
	C(AB)	0.27	4	0.067	1.97	
	D(ABC)	0.27	8	0.034	2.42	
	E	0.23	16	0.014		
	計	173.00	31	184.79		
分析工 (III)	A	184.79	1	0.92	201.9*	
	B(A)	1.83	2	0.64	1.42	
	C(AB)	2.56	4	0.40	1.60	
	D(ABC)	3.20	8	0.1	4.0*	
	E	1.65	16			
	計	194.03	31			

註 A ; lot 간
 B(A) ; 축분
 C(AB) ; 미분쇄
 D(ABC) ; 성형
 E ; 측정

2. 분산의 분해와 검토

<表-3>

분산의 분해표

	分析工 (I)	分析工 (II)	分析工 (III)	*2) average
δ^2_A (lot 간)	0.117 (0.342)	10.75 (3.28)	10.24 (3.2)	5.44 (2.34)
δ^2_{BCA} (축분)	0.0072 (0.085)	0.0029 (0.054)	0.034 (0.184)	0.0050 (0.071)
δ^2_{CCAB} (미분쇄)	—	0.0083 (0.091)	0.06 (0.245)	*3) 0.0083 (0.091)
δ^2_{DCABC} (tebleting)	0.0144 (0.12)	0.01 (0.100)	0.15 (0.388)	0.0122 (0.11)
δ^2_E (分析)	0.03 (0.173)	0.014 (0.118)	0.1 (0.316)	0.022 (0.148)

註 1) () 내는 오차(δ)임.
 2) 분석공 (I), (II)의 평균치임.
 3) 분석공 (II)의 값임.

<考 察>

1) 분산 분석 및 오차 분해 결과 lot 간의 분산 δ^2_A 은 0.117, 10.75, 10.24로서 품위 변동이 크다. 기술적으로 고려할 때 변동의 가능성은 있으나 이의 변동 폭을 감소시키는 공정의 연구 시

험이 요망된다(예 ; pre-mixing).

2) <表-3>에서 기술적인 면에서 볼 때 축분 과정의 분석공간 차는 없어야 함에도 불구하고 분석공 (I), (II)와 (III)의 오차의 절대치는 만족할 수 있으나 축분 방법의 표준에 대한 재검토를 요하는 것으로 본다. 따라서 축분 과정에 대해선 별도로 재시험할 계획이며 mxier를 설치할 예정이다.

3) 미분쇄 성형 과정에서는 분석공 (I), (II) 간에는 차이가 없으나 분석공 (III)은 차이가 난다. 분석공의 숙련도 및 di-ethylene glycol(D. E. G) 도포량에 따라 기술적으로 차이가 인정되기 때문에 이를 확인하기 위해 D. E. G를 주사기로 첨가하여(주사기로 첨가하면 첨가량 변화는 방지할 수 있다) 분쇄 후 vibrating mill pot를 brush로 표면을 쓸어 내고 표면에 부착된 dust를 비교해 보았다.

<사진-1>은 현재의 방법(형질에 D. E. G를 발라서 전면에 골고루 도포함)대로 분쇄한 결과이다. <사진-2> 및 <사진-3>은 주사기로 D. E. G 0.5cc 및 1cc를 vibrating mill pot 저면 뚜껑 및 ring 부분에 수집 drop씩 떨어뜨려서

분쇄한 것이다. <사진-4>는 D.E.G를 사용치 않은 결과이다. 사진에서 알 수 있듯이 D.E.G를 사용치 않거나 사용량이 1cc(3%) 이상 되면 dust 표면 부착이 극심하여 제거 작업이 매우 곤란하고 장시간이 소요된다. D.E.G 사용량이 증가될수록 dust의 부착은 심해지고 재응집 현상이 발생하여 덩어리로 된다.

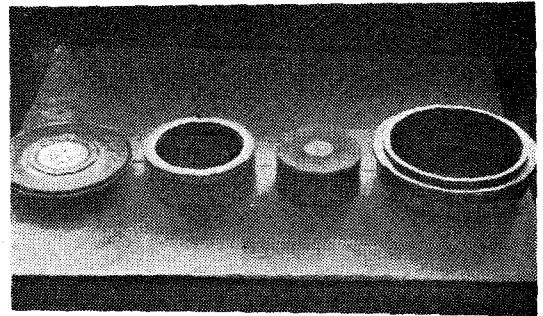
<사진-2>는 <사진-1>과 큰 차이는 없으나 vibrating mill pot 저면과 뚜껑에 부분적으로 dust가 부착된다.

상기의 현상으로 볼 때 D.E.G 도포 방법은 현재의 방법이 가장 합리적이다. 또한 도포량이 미량이고 분산 분석 결과 분석공 (I), (II)는 유의차가 없으므로 분석공 (III)이 어느 정도 속달만 되면 미분쇄 과정에서는 큰 영향이 없을 것으로 생각된다. 그러므로 미분쇄 과정은 현재의 방법을 그대로 표준화하고 분석공 (III)에 대해서는 조기에 속달되도록 교육 훈련 시키면 만족스러울 것으로 본다.

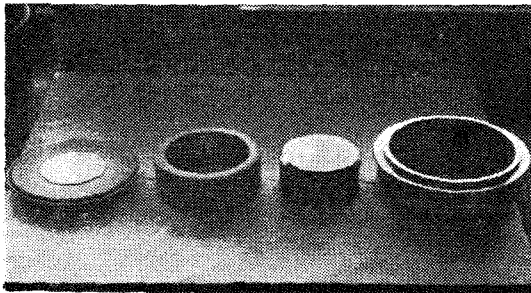
성형 과정에서도 150 kg/cm² 까지 가압하는데 소요되는 시간, 150 kg/cm²의 가압 상태를 유지하는 시간 및 분석공의 숙련도에 따라 차이가

날 것으로 예상된다(분석공 (III)의 오차가 큼). 따라서 이를 확실히 규명하기 위해 각 분석공별 가압 속도를 check 한 결과는 <表-4>와 같다.

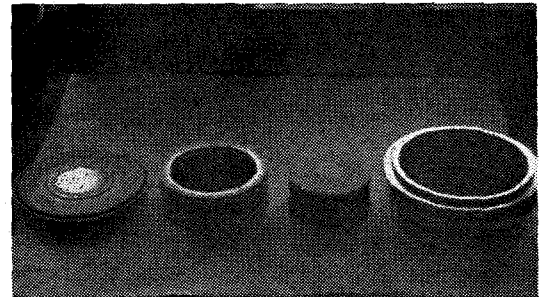
<表-4>에 의하면 분석공 키에 따라 pressing lever의 작동 왕복 거리가 다르기 때문에 2~3초의 차이가 난다. 따라서 press lever의 왕복 거리가 일정하도록 stopper를 설치하고(<사진-6> 참조) 분석공 (I)을 기준으로 pressing lever를 1초에 1회 작동하여 20회에 150 kg/cm² 까지 가압하여 150 kg/cm²에서 5초간 유지한다. 이의 실시를 위해 유압 성형기 전면에 초침이 달린 시계를 설치한다. 또한 oil tank를 air vent 시킨 후 적어도 십분이 경과된 후 재작동시키도



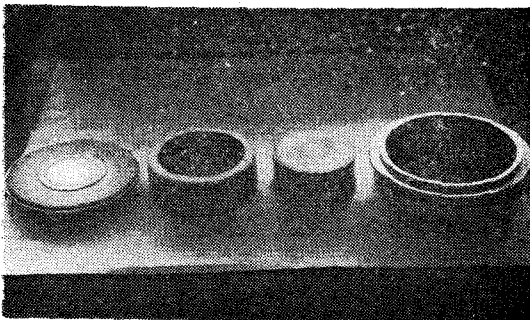
<사진-3> D.E.G 1cc 주사기로 첨가



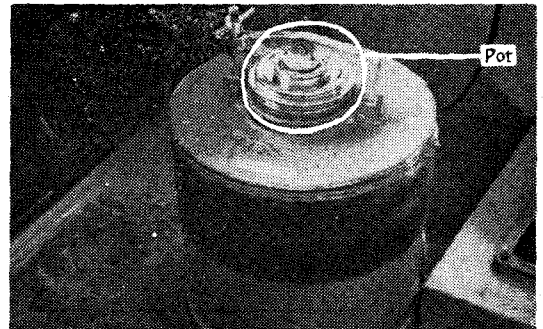
<사진-1> D.E.G 형검으로 도포



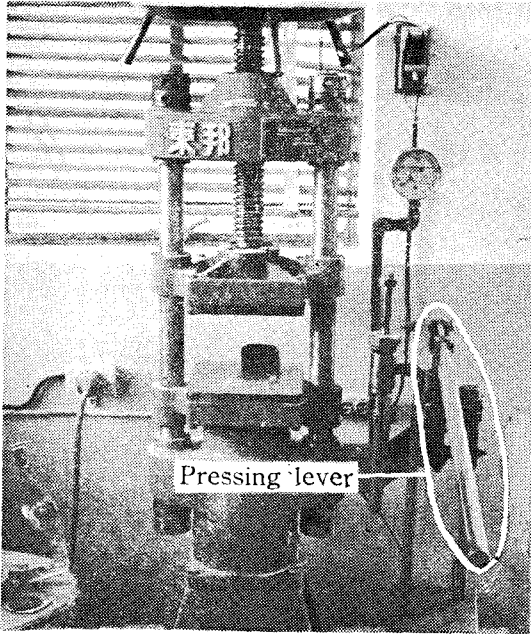
<사진-4> D.E.G 사용치 않음



<사진-2> D.E.G 0.5cc 주사기로 첨가



<사진-5> vibrating mill



<사진-6> 유압 성형기

<表-4> 가압에 소요되는 시간

경과시간 (分)	분석工 (I)	분석工 (II)	분석工 (III)
5	19	19	16
10	19	19	16
15	20	19	17
20	20	19	17
25	20	19	17
30	20	17	17

록 표준화한다.

3. 정도의 검토(분석공 (I), (II)를 대상으로)

1) 시료제조 과정의 정도

계통 sampling의 경우 n 개의 increment를 모아 대량 시료를 했을 때 精度(β)는 다음과 같이 표시된다.

$$\beta = \pm 2\sqrt{\frac{\delta_w^2}{n} + \delta_R^2 + \delta_H^2}$$

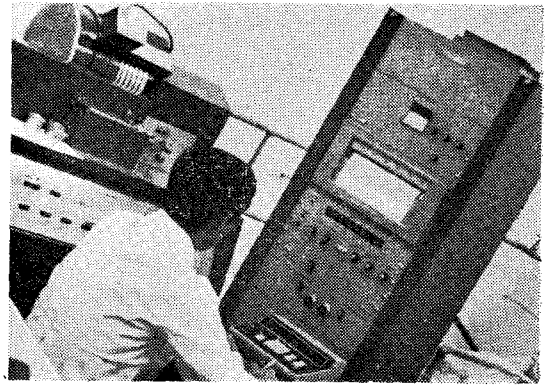
δ_w ; 급내 표준 편차

δ_R ; 축분 표준 편차

δ_H ; 분석치 표준 편차

따라서 raw mix control 과정의 精度(β)는

$$\beta = \pm 2\sqrt{\frac{\delta_{in}^2}{n} + 0.005 + 0.008 + 0.012 + 0.022}$$



<사진-7> 형광 X-ray 分析裝置

이다. 여기에서 $\frac{\delta_{in}^2}{n}$ 을 검토해 본다.

$$\delta_{\bar{x}}^2 = \frac{\delta_{in}^2}{n} + \delta_{B(A)}^2 + \delta_{C(AB)}^2 + \delta_{D(ABC)}^2 + \delta_E^2$$

$$\delta_{\bar{x}}^2 = \frac{\delta_{in}^2}{n} + 0.005 + 0.008 + 0.012 + 0.022$$

$$= \frac{\delta_{in}^2}{n} + 0.047$$

<表-2>에서 계산한 결과 $\delta_{\bar{x}}$ 은 다음과 같다.

$$\delta_{x_1}^2 = 0.04 (\text{분석공 (I)} A_1)$$

$$\delta_{x_2}^2 = 0.04 (\text{분석공 (I)} A_2)$$

$$\delta_{x_3}^2 = 0.04 (\text{분석공 (II)} A_1)$$

$$\delta_{x_4}^2 = 0.03 (\text{분석공 (II)} A_2)$$

$$\delta_{\bar{x}}^2 = 0.035 \quad 0.035 = \frac{\delta_{in}^2}{n} + 0.047$$

$$\frac{\delta_{in}^2}{n} = 0.035 - 0.047 < 1$$

따라서 $\frac{\delta_{in}^2}{n}$ 은 무시해도 된다.

$$\therefore \beta = \pm 2\sqrt{0.047} = \pm 2 \times 0.216 = \pm 0.43$$

raw mix control 과정의 정도는 0.43으로서 정도 기준 범위내에 들어 가며 만족할 만하다.

그러나 여기서 X-ray 분석 장치 자체의 오차에 대해 재고해 보아야 하겠다.

4. X-ray 분석 장치 자체의 정도 (<사진-7> 참조)

X-ray 분석 장치는 P.C counter의 오염 등 몇가지 요인에 의하여 시간에 따라 오차가 변할 것이므로 X-ray 분석 장치 자체의 오차를 정기적으로 check하여 calibration해 주고 있다.

X-ray 분석 장치를 운전하면서 장치 자체의 오차를 check하고 있기 때문에 시간 경과에 따른 차오(δ_0)와 상기 분산 분석에 의한 오차(δ_E)를

비교해 본다. 기술적으로 고찰할 때 분산 분석법에 의한 δ_E 가 δ_0 보다 작을 것으로 예상된다 (operating 기간 및 실험 회수 관제로).

1) X-ray 분석 장치 자체의 오차(δ_0) check 방법

① 완전 분석을 수회 반복하여 그 성분을 알고 있는 시료로 tablet를 만들어 분석공 전원(3명)이 X-ray 분석 장치로 분석하여 구해진 평균치를 기준치로 삼고 이 tablet를 보관해 둔다.

② 동일 tablet로 매일 1회씩 측정하여 상기의 평균치와의 차이를 보아(재현성 체크) P.C counter의 cleaning(정비) 여부를 결정한다.

③ P.C counter cleaning 후 상기 조작을 반복한다.

2) δ_E 와 δ_0 의 비교

72년 1월부터 6월까지의 X-ray 분석 장치 자체의 오차(δ_0)는 다음과 같다.

$\delta_E=0.15$ 와 비교하면 δ_0 는 0.26으로서 크다.

X-ray 분석 장치에 의한 분석은 다른 분석 방법과는 달라서 시간의 경과에 따라 X-ray 분석 장치 자체의 오차는 δ_0 로 대치하는 것이 타당할 것으로 생각된다(분산 분석법에 의한 δ_E 는 단기간 동안의 오차이므로).

따라서 精度 (β)는

$$\beta = \pm 2\sqrt{0.005+0.008+0.012+0.067} (=0.0262) \\ = 2 \times 0.304 = 0.608 \approx 0.61$$

5. 정도의 기준

정도는 각 공장의 공정 능력에 따라 좌우되나 급변 실시한 시험 결과 얻은 시료 조제 분석과정의 정도는 0.61이었다. 현재의 공정 수준은 만족하고 있는 상태이므로 0.60을 정도의 기준으로 삼고 표준화한 후 향후 수시로 재측정하여 정도 기준과 비교하기로 한다.

V. 결 론

1) lot 간에는 변동이 크므로 lot 간 변동 감소

<表-5> X-ray 분석 장치의 오차(장기 운전의 경우)

	δ_0	期 間
第 1 期	0.25	70. 1. 1 ~ 3.14
第 2 期	0.28	72. 3. 14 ~ 5.20
第 3 期	0.26	72. 5. 20 ~ 6.30
平 均	0.26	

를 위한 대책이 요망된다(예 pre-mixing).

2) raw mix control 시의 시료 조제 분석 과정의 정도는 $\pm 0.61\%$ 로서 만족할 만하므로 $\pm 0.60\%$ 를 일단 정도 기준으로 정하고 표준화한 후 계속 비교 검토하겠다.

3) 미분쇄 과정은 현재의 방법을 그대로 표준화하겠다.

4) 성형 과정은 lever stopper를 설치하여 1초에 1회, 20회 作動하여 150 kg/cm²까지 가압토록 표준화하겠다.

5) 축분 과정의 오차 크기는 문제될 것이 없으나 분석공(Ⅲ)이 차이가 있으므로 mixer 설치, 축분 scope의 개조, 분석공의 훈련을 실시한 후 표준화한다.

<表-6> X-ray 분석 장치 오차 점검표(재현성 check)

(1)		(2)		(3)	
72.1~3.14		72.3.14~5.20		72.5.20~72.6.30	
90.8	90.5	90.6	90.3	91.8	92.0
90.4	90.9	90.1	91.2	91.5	91.6
90.8	90.9	90.6	90.6	91.8	91.4
90.8	90.6	90.6	90.7	91.4	91.6
90.7	90.7	90.4	90.9	91.5	91.8
90.8	90.9	90.4	90.3	91.5	91.4
90.7	90.8	90.6	90.2	91.8	91.7
91.0	91.0	90.0	90.0	91.7	91.6
90.5	90.1	90.2	90.1	92.0	91.9
90.3	91.1	90.1	90.3	91.7	91.8
90.8		90.3	90.2	91.8	91.9
		90.3	90.2	91.5	91.7
		90.1	90.5	91.6	91.4
		90.7	90.4	91.8	91.2
		90.8	90.6	91.2	91.2
		90.7	90.7	92.0	91.8
		90.8	90.7	91.6	91.0
		90.1	90.8	90.9	91.8
		90.8	90.4	91.7	91.5
		90.4	90.4	91.9	91.7
		90.6		91.5	92.2
				91.7	
$\bar{x}=90.7$		$\bar{x}=90.5$		$\bar{x}=91.6$	
$n=21$		$n=41$		$n=43$	
$V=0.0625$		$V=0.078$		$V=0.0688$	
$\delta=0.25$		$\delta=0.28$		$\delta=0.26$	