

委 託 調 査 報 告

海 外 の 鉄 鋼 分 析 事 情

Present Overseas Situations in Iron and Steel Analysis.

後 藤 秀 弘*

Hidehiro Goto

本篇は、八幡製鉄渡辺記念資金による事業の一つ（昭和34年4月号本誌会告欄参照）として、昨年8月後藤教授の海外出張に際し調査を依頼した「海外の鉄鋼分析事情」の調査報告である。

I. 結 言

私の視察旅行は8月31日羽田発、12月3日羽田帰着であつたので丁度3カ月間になる。その上放射化学関係の施設および大学関係にも多くの日数を要し、鉄鋼の分析関係は割合に少く十分の視察は出来なかつた。殊に米国は鉄鋼ストで工場に入り得ざりしことは心残りである。しかしここに少しまとめて報告とする。

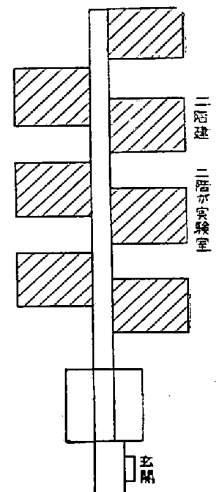
視察の結果得られた結論は、わが国の製鉄工場および研究所の分析装置と海外のそれとは隔世の感があり、最近の近代的ビルの事務所と木造二階建の事務所位の差が認められる。わが国にても学振その他において分析の迅速性と精度について各社および研究所が協力して日進月歩のあゆみを続けているが、残念ながらはるかにおよびず唯驚くばかりであつた。

これは海外の製鉄会社は分析のごとき下積みの方面にもその能率の向上のためにはおしげなく多額の金をつぎこんで研究し、そして設備の改善を計つた結果と思われる。この状態のままでは競争ははげしい製鉄業界ではわが国の製鉄の各設備は近代化されたが、分析その他の基礎部門がおくれて十分に海外に市場を拡張し行き得るか心配されるに至つた。されば経営者の理解と分析者の奮起を切望する次第である。

II. 分析室の配置と設備

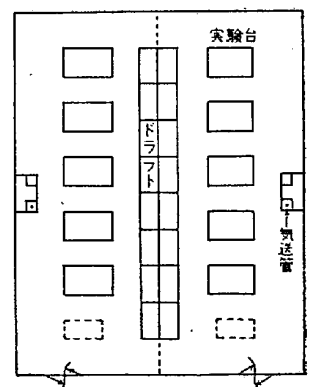
最近各工場の分析室は新しく新築されるか、すつかり模様替された。殊にドイツは復興にもゆる意気と熱意により最も良く設備されている、その一例として Angustysen 工場の分析室をとりて説明してみる。この工場は高炉、平炉およびトーマス転炉を有し年間約 300万tの鋼材を製産している。分析はすべて一カ所にて行なわれ、

試料はすべて気送管で分析所へ送付されるように設備されている。分析所は一昨年完成された近代的建築でその配置は第1図に概略を示す。中央にローカを作り左右に同型の二階建の実験室7棟が建てられて事務棟が一端に存在する。ローカも二階建で、すべて窓が大きく大変明るい。各実験棟は二階が実験室で一階はすべて蒸溜水、各種のガスの供給室、試料受け並びに処理して送付する部屋、更衣室、ガラス細工室、などすべて2階の実験室の付属部分の部屋となつている。試料処理室は各工場から気送管で送られる試料を



第 1 図
分析室の配置

を一カ所で受けて分析が直ちに行なえるように処理した後ふたたび気送管で担当の実験室へ送られる。2階の実験室の平面の略図を第2図に示す。中央ドラフトがあつて左右に区分されている。左右は同形であつて各室の窓に近く司令台のごときものがあつて、その処に

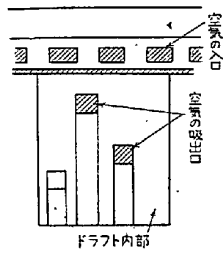


第 2 図 実験室の配置

試料が送られてくる気送管がきており分析結果を報告するテレックスが置かれている。（ただし一棟は研究室および分析法の開発を行なう実験室で少し配置が異つている。）各室の換気はドラフトの上より送風されて部屋に

* 東北大学金属材料研究所教授、理学博士

新鮮なる空気が拡がりドラフトより吸引されて出て行く、その出口は各ドラフトに上段、中段、下段の三カ所より吸引されるようになってゐる（第3図）この換気は良く行なわれ実験室の中には蒸気のごときものは



第3図

存在しないので天秤室などは必要なく天秤、光度計は必要に応じて随所に置くことができて便利である。ドラフトの加熱板は電気であつて多段切換になつてゐる。そしてドラフトの内面が水で洗うことができるようにしてあるものもある。

実験台の配管は電気、ガス、水道以外に酸素、窒素、アルゴン、蒸溜水、真空の配管がしてある。各実験台ではどんなガスを使用する実験も容易にできるのみならずやれ真空ポンプあるいはポンベと持込みあるいは持ち歩く必要もなくまた危険もない。ビュレットは便利のよい処においてあるが実験室によつては一つの実験台にまとめてある処もある。ビュレットは自動ビュレットでボタン1つで加圧ガスにより零点まで液がみたされるように装置されている。試薬瓶はわが国の実験室には高い処に並べてあるが実験台の中に入れてあつて下から液が加圧されてビュレットにみたされるようになってゐる。マイクロビュレットはストレーライン製の自記式のものが良く使用されている。終点が自動的にとまる滴定装置は見受けられないから余り使用されていないようである。滴定に時間を要するためかと思われる。

III. 各元素の分析法

(1) 炭素

すべて炭素は燃焼炉により試料を燃焼せしめて CO_2 とするがこの量を測定するにわが国の実験室のようにガス容量法による装置を使用している実験室は見当らなかった。アメリカとイギリスでは重量を測るようになってゐる処もあつたが普通は Ba(OH)_2 または NaOH の溶液に吸収せしめてその電気伝導度の変化より測定する。欧州にては Westhoff 製の自記式装置が用いられている。この装置の精度は普通試料で $10^{-4}\%$ 炭素で 2~2.5 分にて定量ができて大変便利である。価格はドイツでは 120万円位に聞いたが、しかし内地で買うには 200万円を超えるがこれは輸入税その他のためかと思われる。アメリカでは Leco の装置が用いられ Ba(OH)_2 の溶液

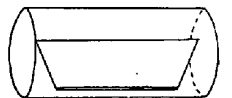
に CO_2 を吸収せしめ抵抗の変化をホイストンブリッジを用いて測定する。前者の方が早くて便利である。測定装置としてさらに進んだものは溶液の電導度の変化をカウンターで積算されて数字で示される。そして同時に CO_2 のでてくる速さは指示計で示されて CO_2 が出なくなると指示計は零を示し、青い信号灯が点ぜられるようになってゐる。青い電灯がつくと試料を取換え結果をよみとることができて迅速であり便利である。この装置は市販されているものでなくその実験室で工夫製作されたもので鋼中の O_2 の定量にも利用されている。

燃焼炉および発熱体はわが国のものとほとんど同様で炉の温度が $1450^\circ\text{C} \sim 1500^\circ\text{C}$ に上昇容易なるもので発熱体は Si-C 製である。燃焼管は ZrO_2 系あるいは Al_2O_3 系のもので耐火度の高いものを使用している。されば燃焼管を保護するためいろいろのくふうがされている。その一例は第4図に示すポートの上に底のある円筒を重ねてその中に試料を入れる、そして燃え工合は容易に見ることができて便利である



第4図

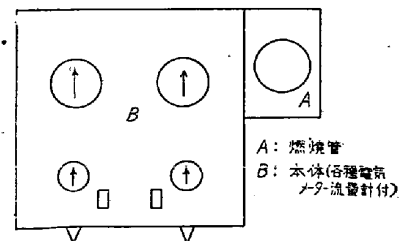
が高温のため円筒もポートも一度で駄目になるようである。面白い工夫と思われたのは少し大き目のポートに Al_2O_3 の粉末をほとんど一杯に入れてその上に試料をおき燃焼せしめる。燃焼後は試料が燃えてスラッグ状になったものをピンセットで取りだし、つぎに新しい試料をのせて燃焼せしめる方法で一つのポートは耐火度さえよければ何回でも使用し得られる。また高周波燃焼装置はほとんどすべての実験室にあるが欧州では主としてスラッグの分析に使用されている。アメリカにては鉄鋼試料にも利用されている。しかし堅型のものだけでなく横型のものが作られて使用されている。(Fisher 製) この場合高温の燃焼のためポートが損傷するのを防ぐため肉厚のポートを使用しさらに第5図のように底のない素焼の円筒管（燃焼管にすれすれに入る）の中に入れて燃焼管中に挿入する。かくして燃焼熔融物による損傷は完全に防ぎ得られる。この装置の外観を第6図に示す。



第5図

(2) 硫黄の定量

鉄鋼中の S の定量は欧州においては C の定量装置と同一の自記記録装置が使用され燃焼炉も同一である。スラ



第6図

ッグ中のSは前に一寸ふれたように高周波燃焼装置が使用される。これはスラッグ中のSを十分に発生せしむるには高温を要するためである。アメリカでは少しことなり、わが国のように燃焼容量法であるが中和滴定でなく主として I_2 滴定法が使用されている。炭素の処で述べた Leco の電導度による方法は装置に経費を要するためかぼつぼつ使用されている程度であるが、今後この装置が欧州式の自記装置が輸入使用されるにいたるであろう。もちろん高周波燃焼装置を使用している処もある。その他燃焼炉、ボートなど詳しく炭素の定量の処で記述したのでここでは省略する。

(3) その他の元素の定量法

各実験室の方法を総合すると各国の標準法にとらわれることなくできるだけ迅速なそして簡易な方法が取られている。ときには精度が犠牲にされているのではないかと考えられるものもある。その結果主として光度法がとられ容量法は従である。沈殿をやいて重量をはかるような面倒な方法はほとんどとられていない。

Hg 陰極電解法はほとんど使用されなくなり有機溶剤抽出法が採用されている。そのために抽出のみを行なう部屋を設けてある処がある。各元素の分析法は各種各様であるからここではすべてについて述べることは省略する。しかしNはやはりキールダール法を採用しNが少量の場合は、ネスラーで光度定量するか多いときは中和滴定による。これはUのごとき原子炉材料にも同様に行なわれている。スラッグ中のCa, Mgのごとき面倒な元素はやはり分離後 EDTA 滴定法が採用され終点の判定には光度法が多く採用されている。またCa, Mgの定量には焰光法が採用されている。しかしてよく組織された実験室においては一元素を一人で分析するのでなく何人かのチームで分析されて結果が報告されるまで組織化され精度よく迅速に結果が報告されるよう研究し改良されている。

イオン交換樹脂も各処で利用されているが金属の分析においては余り重要な部分をしめていなかった。

V. 炭化物および非金属介在物

炭化物の分析はドイツのマックスプランク研究所においてよく行なわれている。しかし分離(電解分離)した後磁気分離後X線、電子顕微鏡などで検査をなし、X線あるいは化学分析などで結果を出して検討を続けている。もちろん同所はクリンガーコッホの装置を工夫した処である。しかして分離を始めてから結果が得られるまで2週間を要するといっており同所では分離法ならびに

分析法の研究をしており、まだ確立された方法は得られていない。されば各分析室もクリンガーコッホの装置で分離している処もあるが他の方法を利用している処もある。非金属介在物の分離定量は余り驚くほどの進歩は認められなかった。

V. 酸素、水素、窒素(ガス)分析法

H_2 は真空加熱抽出法が多く用いられている。測定はマクレオオードかピラニーゲージを用いて自記するように装置されている(主としてアメリカ)加熱は $1100^\circ C$ で Mo ルツボを使用している。また真空熔融後 O_2 と H_2 の分離に Pd を実用している処もある。

普通 O_2 と H_2 の分析には真空熔融自動テプラーポンプで捕集してガスのマイクロ量を精密に作られたオルザットで測定する。加熱は抵抗加熱炉で $2100^\circ C$ まで容易に上昇せしめられるものによる。これはストレーラインで作製市販されて欧州にて多く用いられている。米国にては高周波加熱炉が多く使用されている。アルゴンガス気流中にて高周波加熱炉により加熱(グラフィトボード使用)してOをCOとして気化せしめ I_2O_5 で酸化して CO_2 とした後 $Ba(OH)_2$ 溶液中に吸収せしめたる後この電導度の変化で測定する方法も多く用いられている。(装置は Leco で市販している)。やはりアルゴンガス気流中で加熱してCOとして抽出酸化後Cの項で述べたNaOH溶液に吸収せしめ電導度の変化より%を数字で示す装置を組立て使用している処もある。この装置によるときは8分位にて定量が可能で試料もオルザット法によるよりはるかに少く $0.5g$ にて十分であると、これなどは最尖端の装置と思われる。しかしてわが国にて一般に用いられている学振法のガス分析装置、すなわち水銀滴下ポンプを使用した操作の面倒なる装置はほとんど影をひそめている。

Nについては真空熔融法で定量している処もあるが前述のようにキールダール法で定量している。

微量抽出ガスの定量には質量分析器を連結して定量している処がある。今その分析範囲と定量の場合の許容差を第1表に示す。

VI. 分光分析装置

どこの実験室においても分光写真器を設備して活用しているが多くの分析を必要とする処ではカントメーターあるいはそれに類似の自記式分光分析器を活用している。鉄鋼間係にてはC, Sの定量ができるようにカントバックを装置したり、あるいは装置せんとしている。し

第 1 表

ガスの種類	分析法	定量範囲 %	誤差%
酸素	電気伝導度法	{0.003~0.01 0.01 ~0.1	±0.002 ±0.008
酸素	真空抽出 -マススペクトル	{0.0002~0.002 0.002 ~0.03 0.03 ~0.1	±0.0002 ±0.0005 ±0.002
窒素	同上	{0.0002~0.002 0.002 ~0.1	±0.0002 ±0.001
水素	真空 Sn 添加 真空抽出	0.00005~0.001 0.00005~0.001	±0.00008 ±0.00002
炭素	低圧法 電気伝導度法	0.001~0.035 0.001~0.06	±0.0007 ±0.001

かし前記 Angustysen にては自動的に結果の%を指示する装置に精度、迅速性に確信を有し、カントバックと並用せんとしている所もある。今カントバックを使用している処で得られた定量し得られる C. P. S の最下限の一例を第2表に示す。なおカントメーターによるときその結果の許容差の例を第3表に示す。

第2表 C. P. S の定量下限

定量元素	定量下限 %
P	0.007
S	0.007
C	0.075

普通のカントメーターあるいはカントバックでは記録されたカーブより目的元素の量を何等かの方法で出さねばならぬ。この手数を省くため二、三の工夫をした装置が作られている。各元素を指示するドラムをテープが廻つて元素の含有量が指示される装置が最も迅速に結果が知り得られる。(Fisher Spectro Analyser) またカーブを書かず代りに記憶装置に入り I. B. M. のカードに数元素が一度にパンチされて出てくる仕組のものもある。スペクトル線のエネルギーを計算装置に入れて普通のタイプライターのように元素とその含有%がタイプされるものがある。タイプしている間につぎの試料を取換えて放電することができて迅速である。これなどは全く分析器というべく試料をのせてスイッチさえおせば分析結果すなわち含有量が%で報告用紙にタイプされるのであつて機器化の終局と思われる。

わが国へもカントメーターが輸入されているが大きい分析室ではカントメーター代 2~3 千万円支払うのであるからさらに一步を進めて少くともタイプのできる装置

第3表 カントメーターによる定量範囲とその許容差

元素	含有量 %	許容差 %
Mn	0.01~0.39 0.40~0.59 0.60~2.0	±0.003 ±0.01 ±0.02
Si	0.004~0.039 0.040~0.099 0.10 ~0.69 0.70 ~1.29 1.30 ~2.00	±0.001 ±0.002 ±0.01 ±0.02 ±0.03
Cr	0.002~0.009 0.010~0.019 0.10 ~0.79 0.80 ~2.25	±0.001 ±0.002 ±0.01 ±0.02
Ni	0.002~0.099 0.10 ~1.19 1.20 ~5.0	±0.001 ±0.01 ±0.03
Mo	0.001~0.099 0.10 ~0.95	±0.001 ±0.005
Cu	0.002~0.099 0.10 ~0.50	±0.002 ±0.01
V	0.002~0.099 0.10 ~0.50	±0.001 ±0.01
Ti	0.002~0.099 0.10 ~0.30	±0.001 ±0.003
Al	0.002~0.039 0.04 ~0.099 0.10 ~0.28	±0.002 ±0.003 ±0.006
Co	0.002~0.024 0.025~0.18 0.19 ~0.25	±0.0005 ±0.002 ±0.003
Nb	0.002~0.099 0.10 ~0.18	±0.002 ±0.004
B	0.0005~0.009	±0.0002
Sn	0.005~0.049 0.050~0.12	±0.0004 ±0.03
Pb	0.002~0.015 0.10 ~0.30	±0.0004 ±0.03
As	0.008~0.049 0.05 ~0.30	±0.002 ±0.005
Sb	0.02~0.17	±0.004
Mg	0.0005~0.007	±0.0002
Zr	0.005~0.099 0.10 ~0.50	±0.002 ±0.01
W	0.005~0.10	±0.003
Ta	0.002~0.019 0.020~0.15	±0.002 ±0.005

を付属せしめるとよいと思われる。しかしこの付属装置は ARL に行つたがカタログもなくオーダーメードであるよし、されば注文する方にもこの付属品を理解し得る技術者が必要と思われる。

VII. X 線 装 置

分析室でよく整備されているものは蛍光 X 線装置である。ことにアメリカにては早く設備され欧州では現在設備しつつある状態である。そして X 線カントメーターも作られており（ヒルガー、ARL）、ヒルガーにては結果をタイプして出てくるようにしたものを作られつつあつた。しかし X 線装置はカントメーターほど歴史も古くないためか未だ余り活用されている処は少なかつた。しかし使用している実験室における定量範囲と許容誤差を合金鋼について第 4 表に示す。

第 4 表 蛍光 X 線による合金鋼の定量範囲と許容差

元 素	定 量 範 囲	許 容 差
Mn	0.3~2.5 5~20	±0.03 ±0.05
Cr	4~8 10~30	±0.03 ±0.05
Ni	0.1~10 10~30	±0.03 ±0.05
Mo	0.05~5	±0.03
Nb	0.1~2.0	±0.03

マイクロアナライザーはフランスのカメカ、アメリカの ARL の製品が出ており IRCID などでは活用しており、将来性のあるものと思われる。その他 X 線としては廻折を利用して組成の研究などに利用されている。

VIII. 標準試料および標準分析法

いずれの国でも標準試料が作られており米英は良く知られてわが国へも輸入されている。フランスでは IRSID で作られて各所で分析した結果をまとめて標準値を作っている。分析方法はそれぞれ一定の方法が採用されている。ドイツではベルリンの国立試験所で作り、やはり各処で分析した結果により標準値を出している。ドイツのものは分光分析の標準試料が沢山に作られており注目に値する。わが国への輸入は、英弘精器が取扱っている。スウェーデンにては国立の金属研究所で作られているが種類は少い。しかし標準分析法も別になく必要なときは A. S. T. M. を採用している。ドイツその他の国では常時委員会を持ち、時折会合して分析法の進歩にしたがつて

標準法を改めておりドイツの標準分析法（Handbuch für das Eisenhütten Laboratorium. Band 1—3 (1941)）も遠からず改版して分析法を沢山取換えねばならぬ時期はきているとのことであつた。

IX. 分析室の人員構成

工場の分析室の人員はドイツの一例を第 5 表に示す。

第 5 表

	粗鋼の生 量産 (トン/月)	全員数 (人)	博士数 (人)	全分析数 (月平均)
A 工場	25 万	202	8	90,000 (分光を含まず)
B 工場	15 万	229	10	140,000 (分光を含む)

全人員約 200 名中には相当数の技術者（工専卒位）が混じつており非熟練者は教育して（3 年間）使用している。なお A 工場はカントメーターを設備し、さらに一台入れようとしている処で希望量が十分に分析ができる域に達しなかつたのでその数は除かれているので B 工場に比し全量は少ない。なお B 工場は分析室にて全部の分析を行ない衛生法にもとづく水の培養試験まで行なっているが余り分析法の研究面はやつていない。これに反し A 分析室は高炉とコークス工場に若干名の者がいて分析を行なう以外すべての分析を行ない、その上分析法の開発工夫にも相当の人数を配している。

アメリカでは各社で研究所を有し工場と離れて存在している。各研究所の試料はその分析室にて行ない、また分析法の開発も行なっている。その人員は研究所全人員の約 1 割である。研究所は各種の試料の分析が必要であるので能率は悪い。例えばアルコアの研究所には改良された各種のカントメーターを 5 台有し、それらにより 95 % の分析を完了しているが分析室の全員は 100 名で博士も数人いる。そして分析も機器化しているので電子工学関係の係りも分析部門の中にあつて分析機器の開発と補守を行なっている。これなどは機器化した分析室の特徴でありまた当然のことと思われる。そしていかに機器化しているかの一つの証明ともなろう。

X. 結 言

以上をもつて私の海外の分析事情の報告を終わります。短期間で十分の視察もできず不十分なものしか報告とすることができなかつたことを詫びると同時に読者諸氏の御賢察により不足を補われることを期待する。

最後に私の旅行に御援助を賜つた日本鉄鋼協会、八幡製鉄株式会社および富士製鉄株式会社に深く謝意を表する。（昭和 35 年 3 月寄稿）