



アラカルト

若手研究者・技術者へのメッセージ-5

次世代鉄鋼分析に向けて Toward Next-Generation Iron and Steel Analysis

小熊幸一

千葉大学 グランドフェロー

Koichi Oguma

1 はじめに

筆者が鉄鋼分析の現場を初めて見学したのは1967年のことです。大学院修士課程を終えて通産省工業技術院東京工業試験所に就職した年、同じ課に所属する同僚の皆さん5名ほどと旧川鉄の千葉工場にお邪魔し、ダイナミックな圧延工程などと併せていくつかの分析の現場も見せて戴きました。厚さが10cmもあろうかと思われる鉄板がホットプレートとして使われ、その上に300mLビーカーがずらっと並んでいた光景は壮観そのものでした。また、鉄鋼分析の論文に初めて出会ったのは、1968年秋に千葉大学の助手になってから2、3年経過した頃です。その論文は、神森、田口、吉川による「アルセナゾⅢによる鉄鋼中のスカンジウムの光度定量」¹⁾で、イオン交換分離したスカンジウムを吸光光度定量する際の参考に何回も繰り返し読みました。しかしながら、鉄鋼分析を研究対象とするようになったのは、新日鐵先端研におられた小野昭絃氏の勧めで1995年に本協会の会員になってからです。したがって、鉄鋼分析に関して経験不足ですが、鉄鋼製造の工程管理・品質管理・研究開発に果たす化学分析の役割はきわめて重要であるとの認識に立って、鉄鋼分析に携わる若い研究者・技術者に望むことを三つに絞って以下に述べさせて戴きます。

2 分析技術の伝承には“実験の積み重ね”と“化学の裏づけ”を

2.1 化学分析の基本は重量分析と容量分析

鉄鋼分析に用いられる分析法のうち、重量分析法と容量分析法は、機器分析が進歩した今日にあっても、主成分の分析法としての重要さは変わっていません。両分析法は、トレーサビリティ体系における一次標準物質の標準値の付与のために基準分析法として用いられています。

重量分析と容量分析は手操作を主とするため、精確な結果を得るには経験と熟練を要します。最近の若者は、一般に経験や熟練を要する仕事を毛嫌う傾向にあるため、これらの分析技術の伝承が危惧されています。このような状況に対応するため、「鉄鋼プロセス化学分析技術のスキルフリー化研究会」(主査：山梨大学山根兵先生)は設置されたのでした。同研究会は、フローインジェクション法を用いて従来の手操作と機器による測定をオンラインで結合して自動化し、手操作で必要なスキルを不要とした分析法を提案しました(表1参照)²⁾。しかしながら、鉄鋼分析におけるすべての手操作をフローインジェクション法で自動化することは困難であり、事実、企業側委員から要望された有効数字3.5桁以上の分析値を得ることはできませんでした。

それではどうしたらよいのでしょうか。鉄鋼分析に関わる者は、その初期の段階で、容量分析と重量分析を十分にこなせるまで修練を積むこと、を提案したいと思います。容量分析では測用器具の正しい使い方を身につけることができます。また、重量分析では沈殿の作り方、ろ過の仕方、洗浄の仕方など、化学分析の基本操作を覚えることができるからです。

2.2 実験は繰り返しが大切

基本的な実験操作は、ほとんど無意識のうちにできるようにならなければ本当に身についたとは言えません。それは、例えば野球の選手のバッティングと同じです。一人の選手が一試合にバッターボックスに入ってバットを振る回数は多くても精々20回程度でしょう。しかし、練習ではその何倍もバットを振ることを繰り返し、一番よいフォームを身につけ、試合ではそのフォームからぶれることはありません。分析実験の基本操作も同じことで、繰り返し実験することで身につきます。

実験を積み重ねる中で、誰しも失敗をすることがありま

す。しかし、失敗を含めた豊富な経験をしておくと、将来、他人を指導する際に、自信をもって具体的に教えられる、相手が失敗をした場合にその失敗の原因を容易に推測でき、適切な助言ができる、というメリットがあります。失敗を活かすことが大切です。

2.3 分析操作には理論武装が必要

ところで、一つ一つの分析操作には当然のことながらすべて“化学的根拠”があります。技術、技術と言っても実験操作の表面的なことだけを覚えることは避けねばなりません。操作の根底にある“理屈”を理解しておかないと、問題が起きたときに対策を立てたり、適切な新しい方法を考えたりすることが困難です。特に大事なことは元素の特性です。定性的であってもよいので、できるだけ多くの元素の特性を知っておくと何かと好都合です。その際に有効なのは、周期表中でその元素がどこに位置づけられているか、左右上下にはどの元素があるかを頭に入れておくことです。こうすると何らかの規則性のもとに元素の特性をグループ化して理解することができます。各元素の特徴は参考書を調べれば載っています。し

かし、それを一々見ないでもすむようになることが望まれます。

元素の特性の理解が必要なことに加えて、化学の様々な知識が必要です。化学分析は、誇張して言えば、“化学知識の集積作業”であります。分析化学は、化学の他分野、すなわち無機化学、物理化学、有機化学、高分子化学、生化学等の基礎であると同時に、これら他分野の知識を踏まえて成立する分野です。分析化学に閉じこもらず、周辺領域に対しても気配りすることが大切です。

豊富な経験と幅広い知識、そして鉄鋼分析に取り組む強い意欲が、新時代の製鉄業に対応できる分析技術を保証し、さらには新分析法創出の原動力になると確信します。

3 標準物質の整備・充実を

3.1 標準物質はなぜ重要か

鉄鋼製造における工程管理・品質管理は古くから厳格に行われてきており、それを支えてきたのは日本鉄鋼連盟から頒布されている日本鉄鋼認証標準物質 (Japanese Iron and Steel Certified Reference Materials: JSS) です。JSSは昭和初期からの長い歴史を有し、その品種数は1997年4月現在で374品種に達し、他の標準物質を凌駕しています。2008年4月現在は表2に示すような状況にあり、この他、貸し出し用の蛍光X線分析用認証標準物質が167試料用意されています。

稲本⁴⁾が「標準物質 ー分析・計測の信頼性確保のためにー」に「JSSの役割」を適確に述べていますので、少し長いのですが、以下に引用しておきます。

「JSSを使用する必要性は、他の標準物質と同様に、それぞれの分析所の分析者による分析結果が認証値と一致することによって、併行分析した未知試料の分析値の信頼性の確保と保証、分析者の熟練度の評価、新しく開発した分析法の適否判定などに役立つからである。また各種の機器分析方法の普及に対して、測定装置の校正や検量線作成用試料として広く用いられる。このようにJSSが鉄鋼製造での品質保証や、鉄鋼分析方法の標準化の徹底、あるいは新鋼種開発において分析技術の発展に果たした役割は大きく、今日の日本鉄鋼業の隆盛の基礎的役割を担ったと言っても過言ではない。特に最近では、国際的にもISOにおける分析方法の検討時の共同実験試料として、また商取引における価格決定分析値の保証として、鉄鋼分析用標準物質としての評価も高まっている。」

3.2 標準物質は国産で

鉄鋼分析用標準物質の管理全般と品質システムの維持管理は、鉄鋼連盟の標準化センターで行い、標準物質の製造の

表1 鉄鋼プロセス化学分析技術のスキルフリー化研究会成果²⁾

シンポジウム講演

1. スキルフリー化を目指した比重式分離法によるヒ素およびスズの定量
2. 鉄マトリックス分離除去フローシステムの開発と亜鉛の定量 (I、II、III)
3. ステンレス鋼中のクロムのフロー化学発光計測
4. 鉄鋼分析のスキルフリー化を指向したミストー気相接触化学発光反応を用いる硫黄の簡便かつ高感度な検出システムの試作
5. フローインジェクションーオンライン前濃縮ー接触分析法による鉄鋼中セレンの定量
6. 低屈折率高分子製光ファイバー型キャピラリーセルを用いた分光光度計の試作とその鉄鋼試料中硫黄の吸光光度定量への応用
7. フィルターチューブ濃縮法を利用するFIAによる鉄鋼中リン及びヒ素の吸光光度定量 (1、2)
8. FIシステムによるステンレス鋼中ニッケル (主成分)、及び鋼中ビスマス (微量成分) のスキルフリー定量 (1、2)

論文

1. On-line ヨウ化物抽出／原子吸光法およびモリブドヒ酸青吸光光度FIAによる鉄鋼中のヒ素の定量
2. 鉄鋼中空素のフロー化学発光計測
3. フローインジェクションーオンラインイオン交換前濃縮ーICP発光分析法による鉄鋼中モリブデンの高感度定量
4. フローインジェクション分析法によるクルクミンを使用する鉄鋼中ホウ素の吸光光度定量
5. テフロンチューブ濃縮法を利用するFIAによる鉄鋼中アンチモンの吸光光度定量
6. FIAシステムによる鉄および鋼中の極微量ホウ素の簡易、迅速定量

ための「品質システムマニュアル」と「製造標準」が整備されています⁵⁾。「製造標準」によって標準化されているJSSの製造工程は、①素材製造、②試料調製、③分析の実施、④認証値の決定、⑤分析成績表作成、⑥頒布からなり、いずれの工程も大変な時間と労力を要します。そのため、需要の多い品種が枯渇した場合、その補充は容易ではなく、長期にわたって在庫切れになることがあります。

また、スクラップの利用拡大を予想してトランプ元素の分析方法を開発しても、その方法の精確さ確認に使える適当な

表2 日本鉄鋼認証標準物質³⁾

化学分析用(チップ状又は粉状、70-150g ずつ瓶詰め)	
高純度鉄シリーズ	3品種
炭素鋼シリーズ	6品種
鋇・鋇鉄シリーズ	3品種
低合金鋼シリーズ	6品種
微量元素シリーズB	7品種(在庫切れ1種)
専用鋼シリーズ	26品種(準備中2種)
強靱鋼シリーズA	2品種
強靱鋼シリーズB	1品種
肌焼鋼シリーズ	4品種
工具鋼シリーズ	4品種
高速度鋼シリーズ	4品種
ステンレス鋼シリーズ	5品種(準備中1品種)
耐熱鋼シリーズ	1品種
耐熱超合金シリーズ	2品種
フェロアロイシリーズ	4品種(在庫切れ4品種)
鉄鉱石シリーズ	8品種(準備中2品種、在庫切れ1品種)
鉱石シリーズ	2品種
ほたる石シリーズ	(在庫切れ1品種)
高炉スラグシリーズ	1品種
機器分析用(直径30mm以上の円筒状、スパーク発光分析や蛍光X線分析用)	
炭素鋼シリーズ	6品種
低合金鋼シリーズ	(在庫切れ6品種)
微量元素シリーズ	(在庫切れ、品種数不明)
肌焼鋼シリーズ	6品種
工具鋼シリーズ	6品種
高速度鋼シリーズ	6品種
ステンレス鋼シリーズ	6品種
高純度鉄	1品種
ガス分析用管理試料(酸素、窒素及び水素の分析の管理用試料、5-6mm Φ×230mmの棒状)	
鋼中ガス分析用管理試料	3品種(在庫切れ1品種)
鋼中介在物抽出分離定量専用鋼(炭化物又は硫化物の量を決定した試料、18mm Φ×50-70mmの円柱状)	
炭化物シリーズ	5品種
硫化物シリーズ	6品種

標準物質がないことがありました。そのため、評価・分析・解析部会では、これに対応するため学会部門の共通費を利用して当座必要とする量の共通分析試料を調製しました。しかし、何分にも調製量が少なかったために関係者が分析した段階でほとんど消費してしまい、共同して求めた分析値を長期にわたって活用するところまでは至りませんでした。

稲本の先の「JSSの役割」の文章にもあるように、鉄鋼の製造ならびに新鋼種開発には標準物質が不可欠です。粗鋼生産量だけではなく、鉄鋼製品の品質において世界を先導するわが国にとって、なおさらのことです。外国製の標準物質を購入することも可能ですが、国産の標準物質の方が納期と経費の双方ではるかに入手しやすいことは明らかです。従来は品種を間断なく補充することに加えて、現在、新たに必要となっている標準物質の品種を洗い出し、整備されることを強く望みます。

4 産官学のさらなる連携を

筆者の鉄鋼分析に関する知識は、フォーラム、研究会、さらには分析技術部会等を通じて企業の皆さん方との交流により身についたものです。企業にはそれぞれ独自の方針・計画があり、たとえ分析に関する問題を抱えていても、企業機密の上から必ずしも公にすることができないものと思われます。しかし、官学に籍を置く者は鉄鋼製造現場での問題に疎く、とかく現実離れた研究を展開する傾向が強いので、企業間の壁を越えた共通的な問題を公開して戴くことを強く要望します。鉄鋼メーカーは人材豊富です。ときには、製鉄・製鋼の現場に精通した優れた企業人にこそリーダーシップをとって戴きたいと思います。それが叶えられれば、現場での問題の解決に向けた、地に足の着いた研究が官学においても展開され、産官学の真の協力体勢が整うであらうでしょう。

5 おわりに

上記の三つの願いは、本協会の多くの方々との出会いの中で生まれたものです。先ずもって、鉄鋼分析の大先輩である元新日鐵の佐伯正夫氏には、陰になり日向になって励まして戴きました。また、分析技術部会に出席させて戴くようになって以降の歴代の分析技術部会長、小林尚(新日鐵)、松宮徹(新日鐵)、日野谷重晴(住金)、近藤隆明(鋼管計測)、沖森麻佑巳(日鐵テクノ)、金築宏治(コベルコ科研)、隈元純二(コベルコ科研)の諸氏を始め、評価・分析・解析部会の運営委員会・研究会・フォーラム・技術検討会等と一緒に活動願った鉄鋼メーカーの皆様にも多くのことを教えて戴きました。学官関係では、評価・分析・解析部会の初代部会長の

古谷圭一先生を始めとする多数の方々に様々な活動を通じてお世話になりました。特に、平井昭司先生(武蔵工大)と石橋耀一氏(鋼管計測)とは、本協会での会議のたびに、反省会と称して適度なアルコールを交えながら活発に議論したことが忘れられません。紙面の都合ですべての方のお名前を記すことはできませんが、この機会にご指導戴いた皆様に感謝の意を表し、擱筆致します。

参考文献

- 1) 神森大彦, 田口勇, 吉川建二: 分析化学, 15, 458 (1966)

- 2) 日本鉄鋼協会, 評価・分析・解析部会, 鉄鋼プロセス化学分析技術のスキルフリー化研究会: 鉄鋼プロセス化学分析技術のスキルフリー化の研究(報告書), (2003)
- 3) 日本鉄鋼連盟標準化センター: 日本鉄鋼認証標準物質一覧(2008年4月現在), <http://www.jisf.or.jp/business/standard/jss/syurui.html>
- 4) 久保田正明編: 標準物質 ー分析・計測の信頼性確保のためにー, 化学工業日報社, (1998), 148.
- 5) 文献4), 153.

(2008年10月20日受付)