

## 展 望

### 製鋼技術の発展に伴う管理分析の推移と問題点\*

前 川 静 弥\*\*

#### The Change and Problems of Production Control Analysis with Progress of Steelmaking Techniques

Shizuya MAEKAWA

#### 1. 緒 言

近年、わが国経済の高度成長の一翼をになつた鉄鋼の生産は、技術革新と設備投資に支えられてめざましい伸長を遂げてきた。その背景には製鉄、製鋼、加工、圧延に至る各プロセスにおいて、生産性の向上を目的とした製鋼技術の進歩発展がある。すなわち、製鉄部門における高炉の大型化、操業技術ならびに原料処理の技術の向上、製鋼部門における転炉鋼の増加と真空脱ガスなどの特殊な方法を組み合わせることによる特殊鋼の製造、あるいは電炉における高電力操業、さらに圧延部門におけるプロセスコンピューターの採用などにみられるように製鋼技術の進展の例は枚挙にいとまがない。

しかしながら、この技術革新も情報管理に負うところが多く、その一翼をになう分析技術もまた、合理化と省力化、精度向上のために顕著な変遷を経てきた。すなわち、より迅速に、かつ正確に、しかも人手を必要としない新しい分析方法を開発するため、数多くの研究が行なわれてきた。とくに電子工学を応用した自動、連続、記録式の分析装置の出現は鉄鋼分析における方法を一変させ、鉄鋼の精錬作業の工程管理、製品の品質管理ならびに鉄鋼技術の各分野における研究に多大の貢献をなしてきた。しかし、現在これら分析方法も精度、所要時間の点で必ずしも満足すべきものではなく、絶え間ない検討研究が必要とされる。

また、分析値そのものが、商取引上、重要な役割を果たすため、その分析法は普遍的なものでなければならぬので、現在国際標準化機構 (International Organization for Standardization, ISO) が組織され、近い将来 ISO 法が確立されるであろう。

しかし、ここでは製鋼技術の発展に伴う管理分析の変遷と直面している問題点を通して、分析技術に関する 2、3 の問題と将来の分析法を展望してみた。

#### 2. 管理分析法について

##### 2.1 日本学術振興会製鋼第 19 委員会第 1 分科会(分析)の歩み

本会は、鉄鋼および鋼滓の組成元素 (ガスも含む) の迅速な分析法の研究、確立を目的として昭和 9 年初代委員長俵国一先生が中心になられて創立され、以来約 35 年間、111 回の委員会が開催され、その間提出された研究報告は 9 000 余編に達し、十分な検討を経て各元素の分析法が学振法として決定されてきた。その後、昭和 26 年に機器分析法の顕著な発展に伴って、第 1 分科会から分光分析協議会が、また昭和 28 年には鉄鋼ガス分析協議会がそれぞれ独立して、より専門的分野から検討されるようになった。すなわち、第 1 分科会が設立された当初は単に製鉄、製鋼工程の一助としての迅速分析法の確立を目的としていたが、製鉄製鋼技術ならびに研究の進展に伴って迅速であると同時に、正確、かつ精度のよい分析法の開発に重点がおかれるようになった。さらに、今後鉄鋼分析の日常作業のほとんどが機器分析装置を駆使した自動化ならびに省力化の方向に進むことは明らかであるので、標準試料の標準値の決定に際して基準となる分析法の規格統一が必要となってくる。したがって学振法は内容的には JIS 法と同じような性格になることが考えられる。

##### 2.2 分析法の変遷

昭和 24 年頃までの鉄鋼分析は容量法と重量法が主で一部にデュボスク、プルフリッヒなどの肉眼判定による比色法も採用されていたが、いずれも長時間を要すると同時に個人的技量に依存することが多かつた。その当時の鉄鋼中の主要元素の分析法と分析所要時間の一例を表 1 に示す。

\* 昭和 45 年 11 月鉄鋼協会共同研究会製鋼部会  
電気炉分科会 第 10 回会議 特別講演  
昭和 46 年 2 月 12 日受付 (依頼展望)

\*\* (株)日本製鋼所室蘭製作所研究所 理博

表1 昭和20年頃迄分析法の一例

元素	分析法	所要時間 (min)
C	ガス容量法 (ストレイライン)	5~10
Si	重量法	40~50
Mn	過硫酸アンモニウム酸化亜硝酸ナトリウム滴定法	20~30
	ピスマス酸ナトリウム酸化容量法	30~40
P	モリブデン酸アンモニウム分離中和滴定法	60~80
S	発生法	60~80
Ni	シアン化カリウム滴定法	15~20
Cr	過硫酸アンモニウム酸化過マンガン酸カリウム滴定法	20~30
Mo	チオシアン酸カリウム塩化第1スズ還元比色法	20~30
Cu	硫化銅分離ヨウ素滴定法	60~80
V	過マンガン酸カリウム酸化硫酸第1鉄アンモニウム滴定法	30~40
Al	水酸化分離オキシン重量法	90~120

鉄鋼の化学分析において、現在の JIS 法または学振法として制定された方法は原理的には表1の旧分析法とほとんど変わらないものもあるけれど、全般に妨害元素の除去法、マスキング剤や比色法、容量法における発色剤指示薬ならびに pH 電極や光電池または光電管を有効に用いて個人誤差をできるだけ防ぐようにしたという点で、大きく進歩した測定法といえる。しかし、化学分析それ自体が本質的に所要時間の短縮と省力化に限界があることは否めない。

一方、電子工学の発展により、発光分析、蛍光 X 線分析法が開発され、分析所要時間の短縮と分析精度の向上が実現され、製鉄、製鋼作業の要求に応じられるようになった。

現在、鉄鋼各社で用いられているおもな分析装置を表2に示す。

また、現在研究開発の途上にある分析法、あるいは将来出現が予想される分析装置などを列挙すると次のようなものが考えられる。

1) ソ連では直読式分光器を耐火材料で保護し、発光スタンド部分を鋼浴に浸漬して上下極に鋼浴を吸引し、ただちに発光してシリコン、マンガンなどを定量する鋼浴直接分析法を検討している。

2) 英国の Lloyds の Carby では平炉の炎を分光分析によつて直接測定する方法を試みたが、酸化鉄の光への妨害のため、よい結果が得られず、赤外線の利用を検

表2 現在用いられている主なる分析用装置

方法	装置名
電量電導率測定法	自動滴定装置、炭素、硫黄、分析装置。
電解法	水銀陰極電解装置、電解装置 (定電流、定電位)
比色法 (炎光を含む)	光電光度計、分光光電光度計
ポーラログラフ法	直流ポーラログラフ、交流ポーラログラフ
ガスクロマトグラフ法	気体クロマトグラフ、液体クロマトグラフ
発光分光分析法	直視分光分析器、中型、大型分光分析写真器、光電測光式発光分光分析装置 (常圧型真空型)
蛍光線 X 法	蛍光 X 線分析装置
X 線法	電子線微小部分分析装置
原子吸光法	原子吸光分光分析装置。
放射化法	放射化酸素分析装置。
赤外吸収法	赤外分光分析装置。

討している。

3) 電気炉のアークを分光器によつて観察する方法も提案されているが、新たに鋼浴表面におけるスラグの妨害などの問題がある。

4) U. S. Steel では鋼浴中の炭素の連続定量法として排気ガス中の炭素量と、供給ガス中の炭素量との関係から連続的に炭素を定量することを検討し、さらにこの結果から鋼浴重量に相当する付加材を的確に添加することを平炉に適用して成功している。

5) 炉前で迅速に炭素量を測定する装置として、迅速炭素当量測定器があるが、これは白金-白金ロジウム熱電対を使用して熱分析曲線から求める方法である。

6) 発光分光分析ではレーザービームを励起源とする方法が出現するだろう。これは、レーザービームの性質上、微小部分の分析が可能ばかりでなく、生成したプラズマの温度は高温なので、マトリックスの影響を受けにくく微量試料でも十分な強度のスペクトル線が得られる。

7) 固体電解質による酸素濃淡電池の原理を応用して炉前で直接鋼浴中の酸素量を求める方法も登場してきている。

### 2.3 製鋼工程における分析作業

製鋼工程における分析作業の役割は原材料、ならびに付加材の化学成分、精錬中に時々刻々と変化する鋼浴成分に関する情報の提供である。鉄鋼生産の各プロセスに

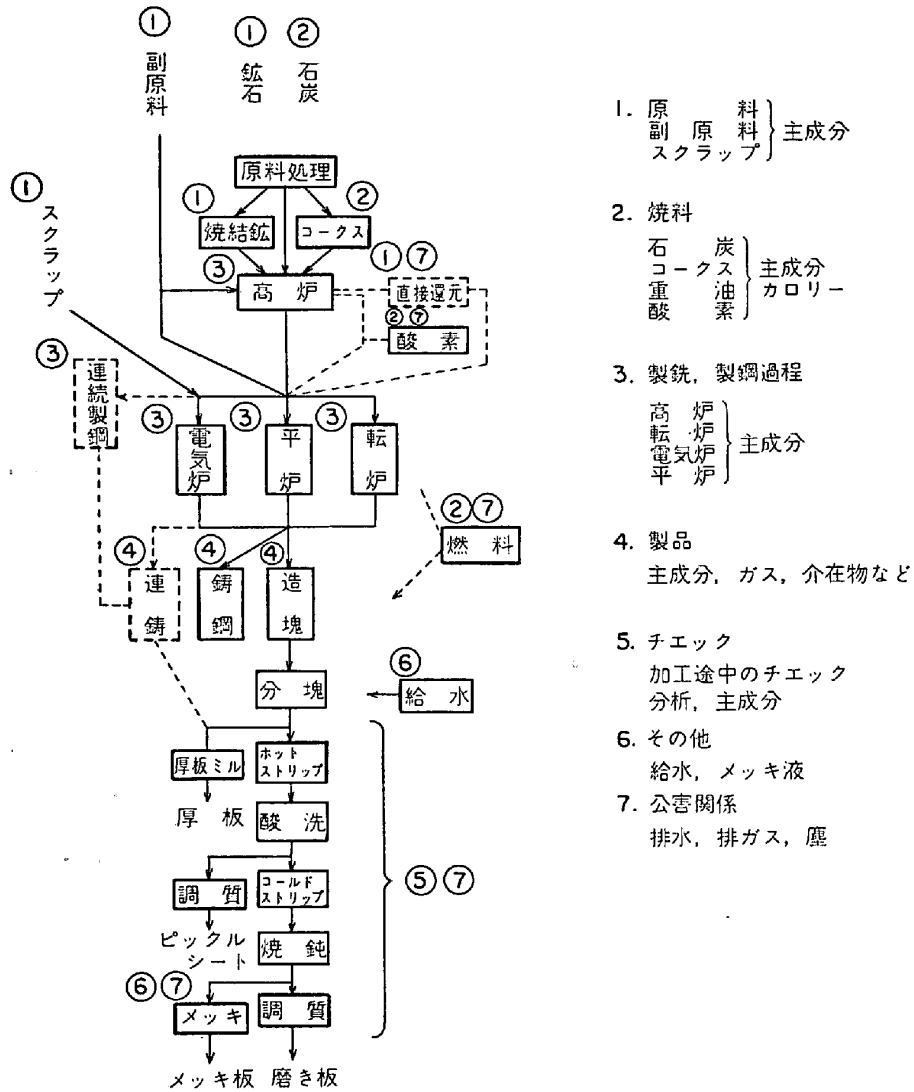


図1 鉄鋼生産プロセスにおける分析業務の発生

における分析業務の発生を図1に示すが、この中で今後留意すべき点として次のことがある。

1) 電気炉の原材料としてのスクラップから入る有害成分、特殊成分などの調査のためには、スクラップの十分な管理が必要で、鋼種別による区分、貯蔵および非鉄類の除去などの前処理についても検討すべき問題がある。

2) ガス分析に関しては、酸素、水素、窒素の炉前分析が必要となる。そして放射化分析、赤外線分光分析、ガスクロマトグラフおよび電量測定などによる分析法が進出するであろう。

3) 高炉、電気炉および平炉の炉前試料分析のためには、試料の搬送法の発展により、分析室の集中化が行なわれ、多くの事業所で分析センターを設けたが、転炉の出現によって再び分散体形の分析室が多くなりつつある。

4) 分析業務の合理化、省力化と迅速なるフィードバック、有効なフィードフォワードのためにコンピュータ

の導入活用が進んでいる。

5) 公害に関する問題の解決のために、分析技術者は化学的な見地から協力をしなければならない。

#### 2.4 製鋼作業への電子計算機の導入

製鋼作業への電子計算機の導入は、熟練者に代わる思考の順序、判断のしかたを数式に書き現わし記憶せしめ、それにしたがって迅速正確に計算し判断することを目的とする。図2に電気炉による精錬に適用したフローシートを示す。この場合、あらゆる原材料の化学成分および重量などが、プロセスコンピュータに投入されるが精錬過程における成分の推移は、発光分光分析装置または蛍光X線分析装置などに直結した分析用のコンピュータからの指示によりわかる。この専用計算機はデジタル型電子計算機-プログラム記憶方式のものであり、試料到着時刻の読み込み、分析機器の選択、検量線の選択ならびに修正、含有率計算、印字、分析誤差のチェック、平均値の計算、そしてデータの電送などが自動的にこなされる。現在、分析用の計算機と生産用の計算機とは、別個に設

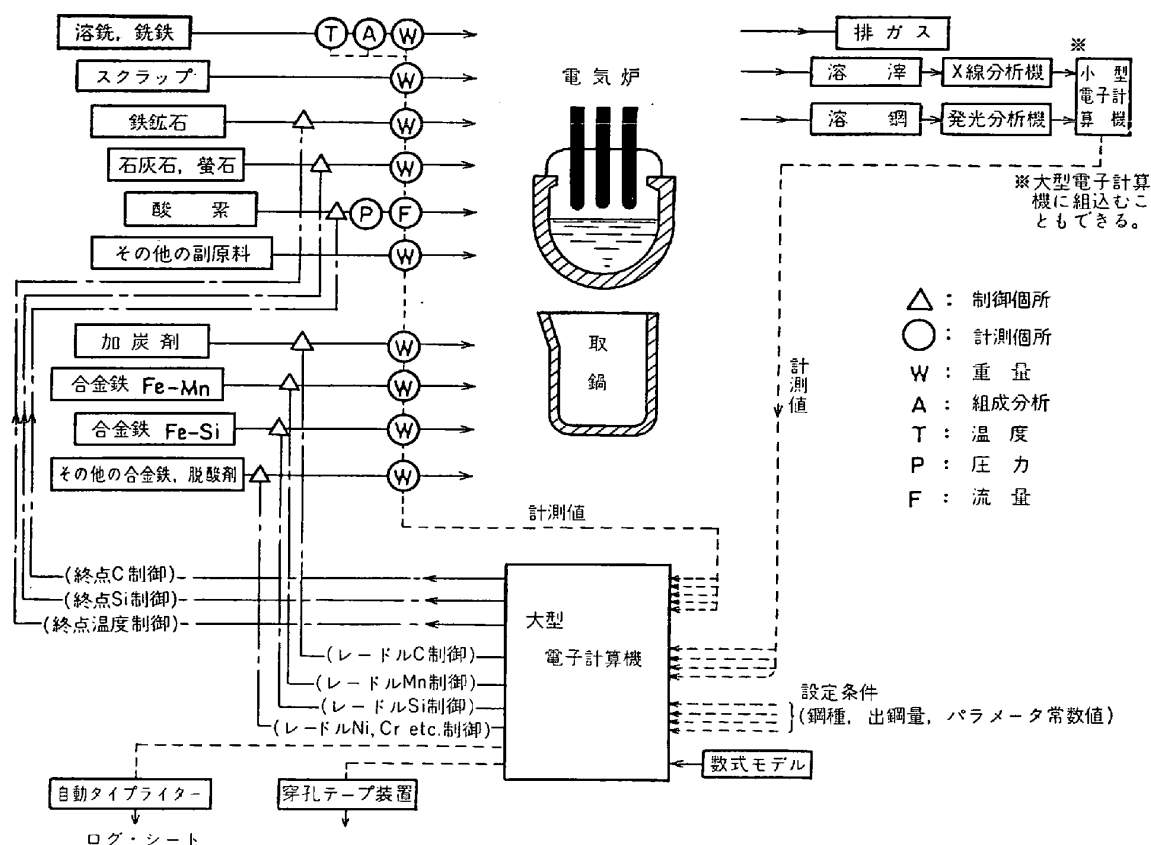


図2 電気炉における精錬のコンピュータ・コントロール・システム

表3 機器分析における所内、所間誤差推定式とその適用範囲 (%)

元素	所内誤差推定式 ( $\sigma\%$ )	所間誤差推定式 ( $\sigma\%$ )	適用範囲
C	$0.0038 + 0.0117 \text{ C}\%$	$0.0046 + 0.0054 \text{ C}\%$	0.02 ~ 0.28
Si	$-0.0037 + 0.0234 \text{ Si}\%$	$0.0042 + 0.0119 \text{ Si}\%$	0.035 ~ 0.92
Mn	$0.0089 + 0.0044 \text{ Mn}\%$	$0.0214 - 0.0000 \text{ Mn}\%$	1.19 ~ 1.96
P	$0.00184 + 0.0099 \text{ P}\%$	$0.00336 - 0.04321 \text{ P}\%$	0.020 ~ 0.045
S	$0.00012 + 0.0368 \text{ S}\%$	$-0.00003 + 0.1050 \text{ S}\%$	0.004 ~ 0.016
Cu	$0.0034 + 0.0139 \text{ Cu}\%$	$0.0039 + 0.0120 \text{ Cu}\%$	0.06 ~ 0.39
Ni	$0.053 + 0.0099 \text{ Ni}\%$	$0.082 + 0.012 \text{ Ni}\%$	4.05 ~ 30.04
Cr	$-0.019 + 0.0114 \text{ Cr}\%$	$-0.019 + 0.0170 \text{ Cr}\%$	12.41 ~ 25.16
Mo	$0.0055 + 0.0105 \text{ Mo}\%$	$0.0134 + 0.0074 \text{ Mo}\%$	0.08 ~ 3.48

注：適用範囲は用いた試料の含有率範囲を示す。

けられているものが多く、計算させるべき数式モデルが完成すれば製鋼作業が一体化され、品質管理体制の基幹ともなる。

### 2.5 分析管理境界の設定

原材料の管理、粗材から成品への加工工程中のチェックや品質の向上を目的とする試験の多くは、鉄鋼の成分を基礎に研究、実験されることが多い。そのために必要

な分析結果は理想的には定量範囲を無限に拡大し、正確なものとするべきであろうが、実際には非常に困難なことで、経済性と現場作業での利用の面から定量範囲と誤差の許容範囲を認識した上で、データを正しく使用しなくてはならない。なお、分光分析ならびに化学分析のJISの解説に出されているそれぞれの所内および所間許容差を表3、4に示す。

表 4 化学分析における所間許容差

成 分	分 析 方 法	実 験 範 圍 (%)	所 間 許 容 差 (%)
炭 G 1211 素	ガス容量法 電気伝導度法 電量滴定法	0.011~4.46 0.014~4.38 0.051~4.44	$D_2'(0.0125C+0.0014)$ $D_2'(0.0117C+0.0017)$ $D_2'(0.0172C-0.0002)$
け G 1212 素	重量法 吸光光度法	0.035~2.16 0.001~1.47	$D_2'(0.0105Si+0.0069)$ $D_2'(0.0016Si+0.0086)$
マ G 1213 ン ガ ン	亜ひ酸ナトリウム滴定法 吸光光度法	0.08 ~ 1.98 0.02 ~ 1.72	$D_2'(0.0070Mn+0.0080)$ $D_2'(0.0139Mn+0.0012)$
り G 1214 ン	中和滴定法 吸光光度法	0.009~0.130 0.009~0.123	$D_2'(0.0549P+0.0001)$ $D_2'(0.0605P+0.0002)$
い G 1215 お う	重量法 燃焼中和滴定法 燃焼よう素滴定法 吸光光度法	0.003~0.037 0.003~0.039 0.009~0.233 0.001~0.005	$D_2'(0.0469S+0.0009)$ $D_2'(0.0163S+0.0010)$ $D_2'(0.0200S+0.0010)$ $D_2'(0.0726S+0.0003)$
ニ G 1216 ッ ケ ル	重量法 滴定法 吸光光度法	0.05 ~ 19.68 0.05 ~ 19.89 0.015~4.12	$D_2'(0.0085Ni+0.0105)$ $D_2'(0.0041Ni+0.0096)$ $D_2'(0.0062Ni+0.0062)$
ク G 1217 ロ ム	過マンガン酸酸化法 過硫酸酸化法 過塩素酸酸化法 吸光光度法	0.02 ~ 24.83 0.50 ~ 24.85 0.03 ~ 4.22 0.01 ~ 1.14	— $D_2'(0.0047Cr+0.0188)$ $D_2'(0.0126Cr+0.0085)$ $D_2'(0.0116Cr+0.0021)$
モ G 1218 リ プ デ ン	吸光光度法 直接吸光光度法	0.01 ~ 0.58 0.001~5.30	— $D_2'(0.0061Mo+0.0104)$
銅 G 1219	滴定法 吸光光度法	0.05 ~ 0.20 0.008~0.60	$D_2'(0.0263Cu+0.0063)$ $D_2'(0.0175Cu+0.0031)$
タ G 1220 ン グ ス テ ン	重量法 吸光光度法	0.12 ~ 18.22 0.01 ~ 11.16	$D_2'(0.0029W+0.0624)$ —
バ G 1221 ナ ジ ウ ム	滴定法 吸光光度法	0.14 ~ 3.55 0.002~0.49	$D_2'(0.0243V+0.0104)$ $D_2'(0.0608V+0.0003)$
コ G 1222 バ ル ト	重量法 吸光光度法	0.22 ~ 11.68 0.20 ~ 11.33	$D_2'(0.0154Co-0.0075)$ $D_2'(0.0104Co+0.0246)$
チ G 1223 タ ン	過酸化水素吸光光度法 TOPO 抽出吸光光度法	0.005~0.07 0.009~0.094	$D_2'(0.0454Ti+0.0008)$ $D_2'(0.0068Ti+0.0008)$
ア G 1224 ル ミ ニ ウ ム	EDTA 滴定法	0.017~0.052	$D_2'(0.0012Al+0.0044)$
ひ G 1225 素	亜ひ酸ナトリウム滴定法 吸光光度法	0.018~0.035 0.005~0.089	$D_2'(0.0872As+0.0027)$ $D_2'(0.0279As+0.0002)$
す G 1226 ズ	滴定法 吸光光度法	0.002~0.020 0.010~0.106	$D_2'(0.0060Sn+0.0011)$ $D_2'(0.0423Sn+0.0012)$
ほ G 1227 う 素	抽出吸光光度法	0.0008~0.013	$D_2'(0.0607B+.00001)$
窒 G 1228 素	中和滴定法 吸光光度法	0.0047~0.042 0.0019~0.028	$D_2'(0.0104N+0.00036)$ $D_2'(0.0037N+0.00048)$
鉛 G 1229	重量法 吸光光度法	0.080 ~ 0.215 0.018 ~ 0.227	$D_2'(0.0032Pb+0.0138)$ $D_2'(0.0327Pb+0.0028)$
マ G 1230 グ ネ シ ウ ム	EDTA 滴定法	0.017 ~ 0.046	$D_2'(0.10Mg+0.0031)$

成 分	分 析 方 法	実験範囲(%)	所間許容差 (%)
ニオブおよびタンタル G 1231	重量法 ピロガロール吸光光度法 チオシアン酸吸光光度法	0.232~0.822 0.058~0.768 0.047~0.156	$D'_2(0.0106\left(\frac{Nb}{Ta}\right)+0.0076)$ $D'_2(0.0318Nb+0.0020)$ $D'_2(0.0553Nb-0.0006)$
ジルコニウム G 1232	吸光光度法	0.068~0.45	$D'_2(0.0122 Zr+0.0052)$

注:  $D'_2=2\sqrt{2}=2.83$

なお、表3、4に示した機器および化学分析の所間許容差は、分析方法の検定のさいに得られたものであつて、鋼材の製品検定にまで拡大解釈して利用することはできない。鋼材の製品分析方法およびその許容変動値については JIS G 0321 (1966) に詳細に決められているので参考にするとよい。

最近はとくに電力、石油化学、船舶、原子力、鉄鋼関係などの各産業分野で鉄鋼材料を使用する場合、その品質に対する要求がより厳しくなりつつある。したがつて、従来合金元素として分析していた Si, Mn, Ni, Cr, Cu, Mo, V, Co, W, Al, Ti などのほかに Zr, B, Te, Ce, La, Nb, Ta, Mg, Ca, Pb などが添加元素あるいは不純元素として分析する必要性が多くなつてきた。これらの元素は微量の場合や存在状態によつて、化学分析、分光分析あるいは蛍光X線分析などの方法を適宜に使用しなければならない。いずれにしても、試料の状態、分析の目的などによつて効果的な分析法を適用することが必要である。

## 2.6 標準試料ならびに基準分析法

製鋼技術の発展の一翼をになう管理分析それ自体、個人技能を重視する化学分析から、普遍的で、しかも個人誤差の少ない機器分析に移行しつつある。

現行の化学分析と機器分析の JIS 規格を比較すると、前者の場合は、分析操作が詳細に規定されているので、初心者でも比較的容易に所定の結果を得ることができる。しかし後者の場合は特定の機器に限定せず、既製のいくつかの機器に共用できるような幅広い規格となつているため、ある程度の検討実験を経てからでなければ、使用できないという難点がある。したがつて発光分光分析、蛍光X線分析、原子吸光分析、ガスクロマトグラフ、ポーラログラフおよび電量、電導度測定法などにおいて各社各様の分析条件によつて定量しているのが実情で、分析条件の統一には非常に困難を伴う。

また、機器分析の場合そのほとんどは化学分析と異なり、独立した分析法ではなく、必ず標準物質が必要であると同時に、その標準物質の標準値の決定は化学分析に頼らなければならない。たとえば発光分光分析の場合、標準試料としては米国の NBS、英国の BAS そして日本の JSS に何種類かのシリーズがある。これら試料はい

ずれも厳密な調整法と分析によつて標準値が決定されているが、値段が非常に高いことと、各社の製造鋼種と必ずしも一致せず、鉄量、基地効果などに問題があり、ある程度の補正が必要とされる。

一般に市販されている NBS, BAS および JSS の標準試料を一次標準試料として準備し、自社に適合した鋼種を二次標準試料または標準化試料として使用しているのが実状のようである。したがつて、これら標準値の決定には、一次標準試料と化学分析によらなければならないので、あくまでも化学分析は管理分析の方法が変遷しても各分析法の基準であることに変わりはない。

なお、機器分析装置は構造的に、エレクトロニクスを利用したものが多いため複雑であり、設定、操作条件を一定に決めたとしても、それらの点検保守の良否が重要な鍵となる。

以上、日常作業分析に使用されている機器分析の問題点を要約すると次のとおりである。

- 1) 独立した分析法ではないので、常に標準物質が必要とされる。
- 2) 標準試料の標準値の決定にはあくまでも化学分析によらなければならない。
- 3) 市販の一次標準試料は、成分、組織ならびに価格の面で必ずしも十分とはいえず、自社製の二次標準試料を用意せざるを得ない。
- 4) 機器分析では使用する装置の性能により、分析条件を統一できないので、標準物質によつて標準化しなければならない。
- 5) 分析精度を維持するためには、分析機器装置の点検保守に常に細心の注意を払わなければならない。
- 6) 分析機器装置の故障による定量不能の場合を考慮して、常に緊急処置およびそれに代わる分析作業の態勢がとられるようであればならない。

## 3. 分析試料に関する問題点

原材料、付加剤などの製鋼用原料、製造過程における成分チェックならびに各種試験研究のための分析試料は、それぞれの試料の分析目的、すなわち母集団の代表値かあるいは微小部分の分析による成分偏析の確認かなどによつて、当然、採取法が異なるばかりでなく、分析指定

表5 試料採取法の種類とその特徴

試料採取法	要 旨	長 所	短 所	備 考
真空採取法	真空にした石英管の先端を鋼浴に挿入して溶鋼を吸引凝固させこれを水銀中に急冷する際、発生するガスを容器内に捕捉する	1. 溶鋼が凝固するとき発生するガスを捕捉する。 2. 炉内の任意の深さから試料採取ができる。 3. 採取時に空気酸化を受けない。	1. 採取法が複雑で日常作業に適さない。 2. 水銀が熱し、有害ガスを発生する。	1. 試料採取法の標準となる。 2. 凝固時に発生する水素量が無視できない場合に有効。
石英管吸止法	あらかじめ鎮静した溶鋼をスポイトにより石英管中に吸い上げ、凝固させ水冷する。	1. 採取法が簡単 2. 採取時に空気酸化を受けない。	1. 溶鋼の凝固および冷却が遅い。 2. 試料中心にパイプができやすい。	スプーンにて溶鋼の液出しができない場合(たとえば鑄型内の溶鋼試料採取など)
銅型吸上法	あらかじめ鎮静した溶鋼中に、銅型の一端を浸漬してこれを吸い上げ、ただちに水冷する。	操作がもつとも短時間に行なわれる。	1. 型が熱せられているので連続使用ができない。 2. 型の損耗が大きい 3. 操作に熟練を要する。	1. スプーン内でキルした溶鋼。 2. 実験用試料。
銅型鑄込法	あらかじめ鎮静した溶鋼を銅型に鑄込み、凝固後ただちに水冷する。	操作がもつとも現場的で特別の教育を要しない。	鑄込み方により以後の試料の取扱いが円滑にいかない場合がある。	現場における日常作業用。

元素によつては試料の量や形状などに制約を受けることがあるので、分析用試料の採取法についても正しい認識が必要である。

### 3.1 鋼浴ガス分析試料

鋼浴からの酸素ならびに水素分析用試料採取法は、定量方法と同様に重要な問題である。したがつて、昭和9年学振製鋼第19委員会の創設以来研究され、前述したように鉄鋼ガス分析協議会を發足させて精力的に検討されてきた。そして昭和35年には日本製鋼所室蘭製作所において、小委員会の委員一同が参加して各方法の比較検討会が行なわれ、その結果に基づいて翌昭和36年には真空採取法が最も良好な結果を与える方法として、学振法に採用された。さらに昭和37年、表5に示すように各種ガス分析用試料採取法について、それぞれの特色を整理し、あわせて各方法の詳細な経過や分析方法の解説を付して学振法が制定された。

このうち、真空採取法は現在国内で実用化されているばかりでなく、欧米においても大いに注目されている。

このように、ガス分析用試料採取法の各方法の長所ならび短所を整理して、その目的にもつとも適合した方法を採用するようにしたことは、学術振興会の大きな功績の1つである。

### 3.2 炉前における化学成分分析用試料の採取

精錬過程における成分のコントロールは、炉前試料の分析結果をもとに行なわれるが、結果的に最終成分が指定成分と合致せず、トラブルを起こすことがたまたまある。この原因には分析操作上のミスによる場合もあるが、

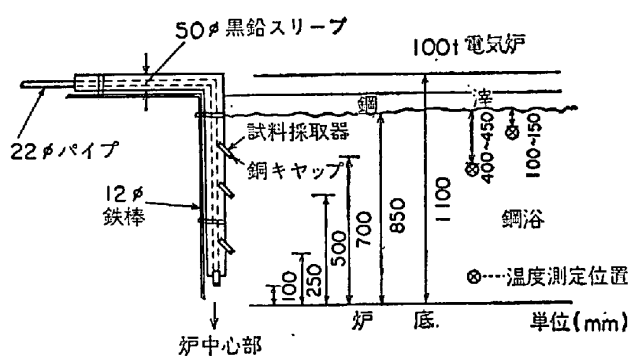


図3 試料採取位置

最近のようにますます容量が大型化してきている製鋼炉では炉内偏析ということが考えられる。したがつて、炉前試料の採取に際しては採取したわずか200~300gの試料が(発光分光分析の場合、実際に分析されるのは直径7mm、深さ0.1~0.3mmの範囲で、消費量として0.1g未満にすぎない。)鋼浴全体を代表しているか否かを常に考慮に入れておくべきであろう。

一例として、炉内での成分偏析を当所のスターラーを付設する以前の100t電気炉で調査した結果を表6に、またその際の炉中心部からの試料採取位置を図3にそれぞれ示す。

その得られた結果を要約すると、

1) 還元初期および合金鉄投入前の偏析は全般的に少ないが、No3の溶鋼では合金鉄投入前でもかなりの成分偏析が認められる

表6 操炉中における炉内成分偏析

(100 t 電気炉)

時 期	鋼 種	炭 素 鋼 No 1				炭 素 鋼 No 2				炭 素 鋼 No 3				
		炉底からの 位 置	100 (mm)	250 (mm)	500 (mm)	700 (mm)	100 (mm)	250 (mm)	500 (mm)	700 (mm)	100 (mm)	250 (mm)	500 (mm)	700 (mm)
還 元 初 期	%	C	0.09	0.09	0.09	0.09	0.24	0.24	0.25	0.24	0.10	0.10	0.11	0.12
		Si	0.11	0.12	0.09	0.09	0.18	0.17	0.19	0.16	0.05	0.05	0.09	0.10
		Mn	0.27	0.27	0.27	0.29	0.41	0.42	0.41	0.44	0.22	0.22	0.22	0.22
		P	0.008	0.009	0.010	0.011	0.013	0.010	0.013	0.012	0.011	0.011	0.014	0.013
		S	0.018	0.017	0.017	0.019	0.019	0.018	0.018	0.019	0.018	0.020	0.020	0.018
	ppm 0	235	236	264	250	130	119	155	109	250	248	230	225	
合 金 鉄 投 入	%	C	0.09	0.10	0.09	0.09	0.25	0.25	0.26	0.25	0.11	0.10	0.11	0.18
		Si	0.10	0.11	0.13	0.09	0.16	0.19	0.22	0.21	0.11	0.06	0.14	0.15
		Mn	0.33	0.27	0.32	0.36	0.49	0.45	0.44	0.44	0.35	0.22	0.35	0.36
		P	0.010	0.008	0.009	0.010	0.012	0.014	0.014	0.013	0.017	0.012	0.018	0.027
		S	0.016	0.016	0.014	0.016	0.016	0.015	0.016	0.015	0.018	0.021	0.017	0.017
	ppm 0	202	219	218	207	99	151	138	90	226	203	190	183	
出 鋼 前	%	C	0.09	0.09	0.10	0.11	0.25	0.25	0.26	0.26	0.10	0.12	0.12	0.17
		Si	0.13	0.11	0.16	0.32	0.20	0.23	0.23	0.49	0.08	0.16	0.16	0.41
		Mn	0.44	0.45	0.46	1.16	0.62	0.62	0.65	0.87	0.23	0.40	0.50	1.15
		P	0.012	0.010	0.009	0.011	0.013	0.012	0.013	0.012	0.016	0.022	0.024	0.031
		S	0.017	0.015	0.014	0.012	0.014	0.014	0.015	0.015	0.020	0.016	0.015	0.010
	ppm 0	197	192	190	129	117	135	114	75	214	142	130	105	

注：出鋼前試料は Si-Mn 投入後、鉄棒により人力攪拌して授取を行なった。ただし、No 2, 3 の溶解は装入機による機械攪拌後採取した。

2) 出鋼前(合金鉄添加攪拌後)の時期は、いずれの溶鋼も偏析が認められ、とくに Mn, Si の偏析が大きく溶鋼表層部が高値で底部に至るにしたがって低値になっている。

3) 炭素の偏析は少ない。

4) 酸素は還元初期では、溶鋼表層部が高値を示すが精錬が進むにしたがって偏析が少なくなっている。

以上は深さ方向の偏析で、このほかに平面的な前後左右の位置によっても偏析が考えられる。したがって、炉前試料の採取には、その時期と炉内の位置を十分に考えて真に溶鋼成分を代表しているものを採る必要がある。

### 3.3 鋼塊の化学成分の偏析

チェック分析の値がレードル分析の値と異なつた場合、トラブルが発生することがある。この原因は鋼塊内で生ずる成分偏析に起因することが多く、それは鋼塊が大型化するほど顕著である。

鋼塊の化学成分の偏析調査の一例として、当所で行なつた真空鑄造 25T 鋼塊の化学成分の偏析および非金属介在物の分布状況を調査した結果を図 4~6 にそれぞれ示す。

### 3.4 炉前分析試料の発生処理の状況

最近、転炉メーカーでは、カントバックを分散配置して転炉に対して専用化している。しかし、電気炉では複数基の炉の試料を集合して分析しているのが一般的であり、分析室に送付される試料は莫大な数となる。

例として当所で行なつた一昼夜における炉の稼動状況と分析実施内容の一例を図 7 に示す。なお、機器分析室には、現在、カントバックとカントレコーダの 2 台の分光分析装置と、炭素定量用のクーロメトリー 2 台、硫黄定量用の高周波燃焼装置 3 台がある。これらの使用区分を次に示す。



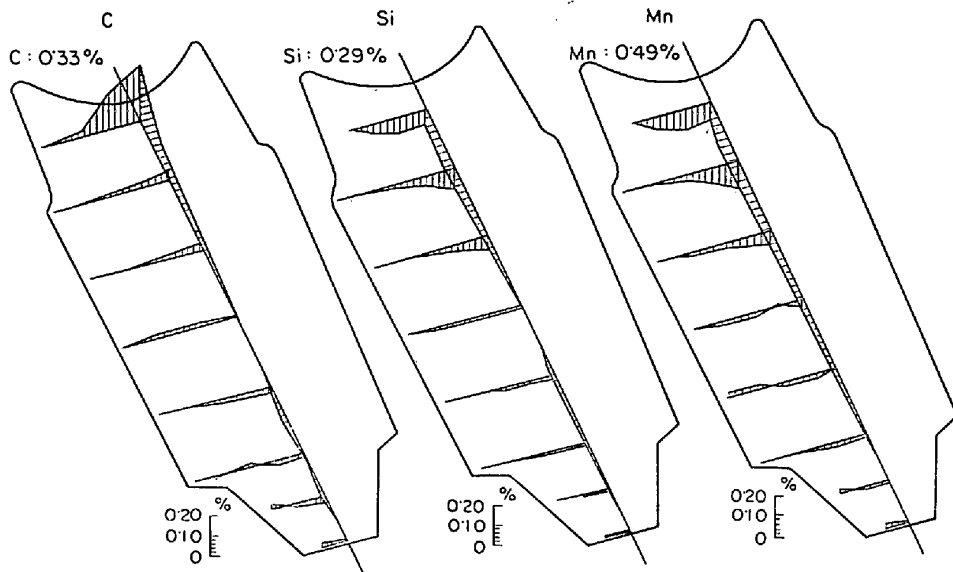


図 4 真空鑄造 25T 鋼塊の成分偏析

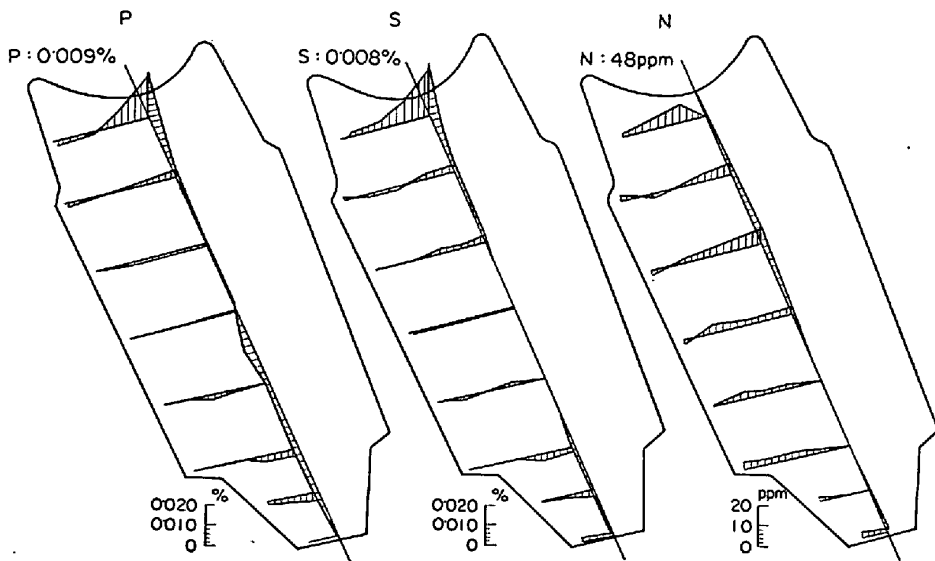


図 5 真空鑄造 25T 鋼塊の成分偏析

装 置	鋼 種	分析元素	試料切断, 研磨	30~60 sec
カントバック	{炭素鋼, 低合金鋼 18-8 ステンレス鋼 18%Mn-Cr 鋼, 高速度鋼}	C, Si, Mn, P, S Ni, Cr, Cu, Mo, V, Al, As, Sn, Ti, Nb, W	アルゴンフラッシュによる空気の置換	10 //
			予備放電	20 //
カントレコーダ	鉄鑄鉄	Si, Mn, P, Ni, Cr, Cu, Mo, V, Al, Mg	記録 (10 元素の場合)	30 //
			分析値決定	60 //
クローメトリーおよび高周波燃焼装置	{各種鋼の小型試料} {または削り試料}	C, S	計	2 min 30 sec ~ 3 min

注. 記録, 分析値の決定時間は電子計算機を導入しない場合である.

3.5 分析結果に与える非金属介在物の影響

鋼塊から切り出した試料, または, 圧延鍛造などの加工を経たものから採取した試料を発光分光分析で分析する場合, 放電個所にたまたま大きい非金属介在物がある

なお, カントバックによる一試料の分析所要時間は次の通りである.

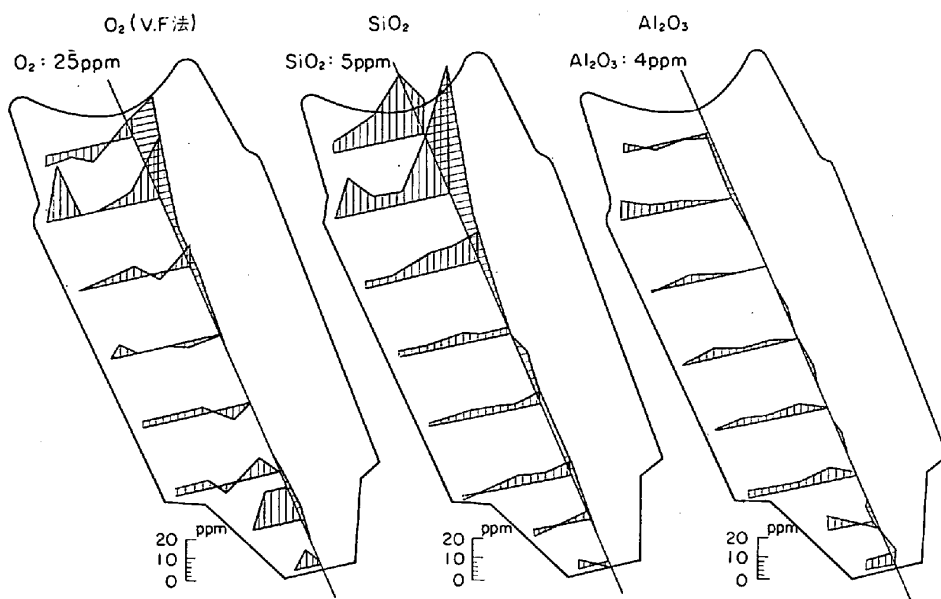
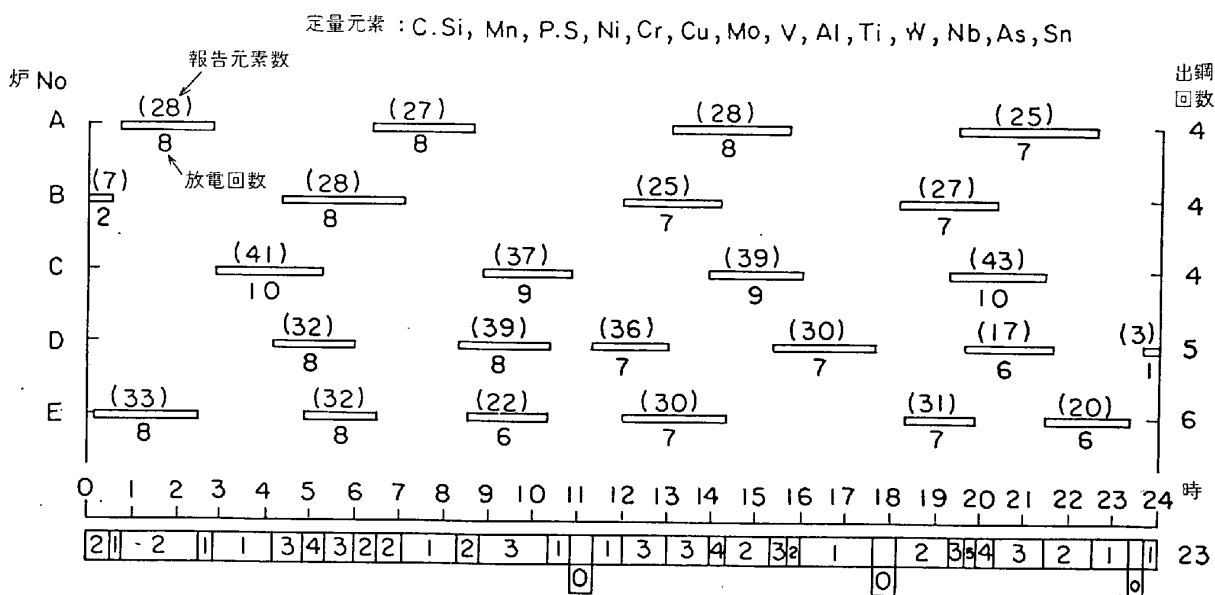


図6 真空鑄造 25T 鋼塊の成分偏析



1 昼夜 (24時間) の報告元素数 680元素

総アイドルタイム 1hr

1 元素/2'1分

1 昼夜 (24時間) における放電回数 172回

図7 1 昼夜における炉の稼動状況と分析件数の一例

と分析値に大きなバラツキを与える。

とくに、鋼板の圧延方向に対する垂直断面部での表層部と中央部の成分偏析は大型鋼塊の表層部と中心部との成分差の縮図であるとともに、非金属介在物の影響は圧延加工によつて、粘性変形した硫化物、けい酸塩が Mn S および Si などを、また、不連続的に粒子の並んだアルミナは Al をそして不規則に分散した粒状酸化物は Al Si, Mn などの分析値を大きく変動させることがある。

しかし、このような試料ごとに非金属介在物の形態、

量などを調査してから分析することは非常に手数がかかるため望めないで、圧延方向に対する垂直断面を多点放電して分析値を平均化するか、試料採取量が多くて平均化される化学分析に依存すべきである。

### 3.6 原材料, スクラップ試料について

銑鉄, 付加剤についてはメーカーから成分表が添付されて納入されているが、使用時の配合計算の基礎とする成分値の確認のため、これら試料のチェック分析が行なわれる場合が多い。この際受入, 貯蔵の方法が適切でな

ければ製造時のロット別の成分の分析結果も無意味になつてしまい、その程度はとくに合金鉄類において顕著である。

したがつて、そのような場合のチェック試料の採取法は平均化した採り方をして母集団の代表値が得られるようにならなければならない。

スクラップでは成分や形状の点で種々様々のものが雑多に混合されているため、その選別、区分は容易なことではない。現場的な鋼種判別方法として、化学的な点滴判別法や、直視型の発光分光器などがあるが、作業性、簡便さなどの面で十分とはいえず、簡便な現場的鋼種判別法の開発が今後の問題として残っている。しかし、社内で発生するスクラップに関しては、各職場の管理体制の確立で成果をあげることが可能である。また、スクラップはメッキ層、塗料、非鉄合金およびゴムなどの付着物、挟雑物が混入しているので、前処理によつて取り除かなければ単なる代表物の分析値のみに頼ることはトラブル発生の原因となる。

#### 4. 結 言

最近の鉄鋼材料に対する品質向上の要求は厳しく、しかも鉄鋼の生産性向上はめざましいものがある。一方、その研究開発の内容もまた、ますます専門化されると同

時に高度になり、その推進には基礎化学、ならびに応用化学へ依存する度合が強くなつてきている。ここ数年来、日本学術振興会をはじめとして、日本鉄鋼協会などが協力して鉄鋼基礎共同研究会が発足し、微量不純物の溶鋼中の挙動、非金属介在物の析出挙動や、その鋼質におよぼす影響などが基礎的に研究されている。これらとは別に日本学術振興会、あるいは鉄鋼協会において、鉄鋼分析についての研究グループがあり、冶金研究に必要な、鉄鋼中の微量元素、非金属介在物およびガス分析などを、分析方法、適用範囲、精度などの面から共同実験方式によつて検討している。このような状況ならびに鉄鋼各社が直面している問題から、今後検討すべき鉄鋼分析の方向は次のような諸点にしばられるであろう。

- 1) 鋼中微量元素の分析 (原子吸光分析を含む)
  - 2) 鋼中成分の形態分析
  - 3) 鋼中のガス分析の迅速性と精度、感度の向上 (放射化分析を含む)
  - 4) 発光分光分析の適用範囲の拡大 (レーザービームを含めて)
  - 5) 蛍光X線分析の適用範囲の拡大
  - 6) 鋼浴成分の直接連続定量法の開発
- いずれにしても、鉄鋼製造技術の進歩発展に寄与する分析の役割は、ますます重要度を増してくるであろう。