

Outline of Analysis and Testing in Kawasaki Steel
Techno-research Corporation

合田 明弘

Akihiro Goda

川鉄テクノリサーチ
(株) 総合検査・分析セ
ンター 主任研究員

中川 孝

Takashi Nakagawa

川鉄テクノリサーチ
(株) 総合検査・分析セ
ンター 主任研究員

山下 裕英

Yasuteru Yamashita

川鉄テクノリサーチ
(株) 総合検査・分析セ
ンター 千葉事業所長

1 はじめに

川鉄テクノリサーチ株式会社 (KTEC) は、川崎製鉄が長年蓄積した専門技術の外販を進めて経営の多角化を図ること、並びに新技術、新商品を産み出すための研究開発に取り組むことを目的に、川崎製鉄グループの技術頭脳集団として1984年6月に設立された(資本金3億円、川崎製鉄の全額出資)。

当社は Fig. 1 に示すように5つのセンターから構成されている。その一翼を担う総合検査・分析センター(1979年に設立された川鉄総合分析センターを前身として発展)は千葉、水島、阪神、知多の4事業所と業務全体を統括する総括技術室からなり、いずれも川崎製鉄の分析部門が独立したもので、それぞれ川崎製鉄の鉄鋼生産を支える分析業務を担当している。

一方、分析・試験で長年培った技術と多様な設備を活かすため、外部からの分析・試験に関する受託業務を行っている。現在、総合検査・分析センターには全体で約360名の熟練した分析・試験技術要員を擁している。

当センターは発足以来約5年を経過し、その間先端技術開発に関

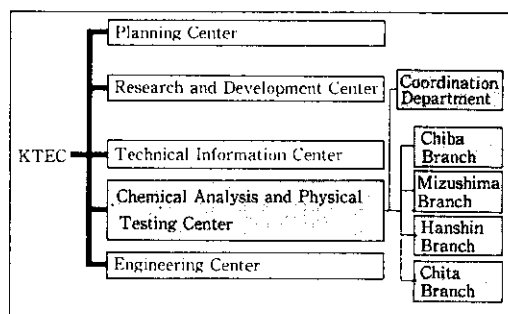


Fig. 1 Chemical Analysis and Physical Testing Center in KTEC

* 平成元年3月30日原稿受付

要旨

川鉄テクノリサーチ株式会社 (KTEC) の総合検査・分析センターは、川崎製鉄での鉄鋼生産を支える分析業務のほかに、外部からの分析・試験受託業務を行っている。

主な業務内容は、(1) 金属、合金、鉱物、環境物質などの分析、(2) 表面状態の解析、材料欠陥の原因調査などの物性評価、(3) 材料試験、(4) 機械部品などの非破壊検査、(5) 機器分析のための校正用試料の販売、(6) 分析・試験に関する技術支援など多岐にわたっている。当社で用いている分析・試験設備、当社の分析・試験技術の特徴および最近の業務内容について実例と共に紹介した。

Synopsis:

The Chemical Analysis and Physical Testing Center of Kawasaki Steel Techno-research Corp. (KTEC) is engaged in the analysis and testing works to support the steel production of Kawasaki Steel Corporation (KSC) and, in addition, the same analysis and testing works from outside customers. The works of the Center cover the following broad areas: (1) analysis of alloys, ores, environmental substances etc., (2) physical properties testing such as surface analysis, examination of the cause of material defects, etc., (3) material testing, (4) nondestructive inspection of machine parts, etc., (5) selling of calibration samples for instrumental analysis, and (6) technical support regarding the analysis and testing.

The work contents of the analysis and testing, equipment installed and the characteristic techniques in the Center are introduced herein together with recent actual examples.

連する材料の分析・試験にも注力した結果、多くの企業、官公庁、研究機関などからの分析・試験の受託は年を追って増加し、営業基盤も広がりつつある。

本稿では、当社総合検査・分析センターにおける分析・試験技術の内容と受託業務の現況を紹介し、ユーザー各位の便宜に供したい。

2 総合検査・分析センターの業務

当社が実施している分析・試験業務の内容は、Table 1 に示すように分析、物性評価、材料試験、非破壊検査 (NDI) やこれらの測定結果に基づく材料の特性調査や欠陥原因の調査のほか、最近では分析・試験に関する技術支援、機器販売など手びろく実施している。当社で使用している主な分析・試験装置を Table 2 に示す。

分析・試験の対象は鉄鋼、非鉄金属、鉱物から水、大気などの環境物質に至るまで、さらには新素材や電子材料など極めて広範囲にわたっている。なかでも、鉄鋼その他の金属、合金あるいは鉱石類などについては、従来からの経験、実績が非常に豊富である。

Table 1 Main items of analysis and testing services in KTEC

Items	Contents
Analysis	Analysis of ferrous metals, ferroalloys, nonferrous metals, alloys, minerals, ceramics, fuels, oils, and fats
Environmental analysis	Analysis of atmosphere, water, dust, asbestos, and industrial waste
Physical properties testing	Identification of material Examination of material breakage Surface analysis Observation of crystal structure Examination of excavation
Material testing	Mechanical tests of steels, alloys, plastics, and ceramics Exposure test of atmospheric corrosion resistant steel
Nondestructive inspection	Open inspection of tank Defect inspection of welded joints Inspection of machine parts
Selling of techniques	Technical support of analysis and testing Consulting for analysis and testing work Selling of calibration samples for instrumental analysis Selling of analytical instruments

ハイテクノロジー時代を迎えた昨今、各分野で研究開発が進み、高純度金属、特殊合金、新しい磁性材料、ファインセラミックスなどの分析・試験が増加してきたため、当社の技術力もそれに応じて向上し、分析・試験の対象範囲は急速に広がりつつある。

一方、樹脂や油類などの有機物の分析依頼も次第に増えており、一部について実施しているが、ユーザー各位のニーズに応えるべく分析・試験設備の充実強化に努めつつある。

変わったところでは、埋蔵文化財出土品の分析、調査の依頼もあり、各種の装置を用いて対応し、文化財の保護、調査に協力させていただいている。

なお、自社に分析部門を持ちながらも、特殊技術を要するものや特殊成分の分析が発生したような場合には、当社に依頼されるユーザーも多くなった。

2.1 分 析

これまで当社に依頼された分析のうち主なものを Table 3 に示す。最近、異物など化学組成が不明な物質の調査あるいは金属、非金属物質全般にわたる定性分析の依頼が増加している。

当社で定性分析に多用している装置は高周波誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光分析装置¹⁾で、この装置は試料量が 10 mg 程度あれば分析できるので非常に利用価値が高い。また、試料量が多い場合は蛍光 X 線分析装置も定性分析に活用している。

微小試料の場合は、X 線マイクロアナライザー (EPMA) や走査型電子顕微鏡 (SEM) に付属している X 線分析装置を用いる。メッキ液などの液体試料の分析 (特に陰イオンの分析) にはイオンクロマトグラフを利用している。

そのほか、特殊合金たとえばチタン合金、マグネシウム合金、希土類元素を添加した磁性材料などや特殊な組成のセラミックス類の分析依頼も多く受けているが、このような場合には事前に ICP 発光分光分析装置などで定性分析を行って概略の化学組成を知り、適

Table 2 Main equipments for analysis and testing used in KTEC

Items	Equipments for analysis and testing
Analysis	Spectrophotometer Atomic absorption spectrometer Inductively coupled plasma (ICP) atomic emission spectrometer Photoelectric vacuum emission spectrometer X-ray fluorescence spectrometer Glow-discharge atomic emission spectrometer Carbon and sulfur analyzer Oxygen and nitrogen analyzer Hydrogen analyzer
Environmental analysis	Gas chromatograph Ion chromatograph Total nitrogen analyzer in water COD Autoanalyzer Gas chromatograph-mass spectrometer
Physical properties testing	X-ray diffractometer X-ray microanalyzer (EPMA) X-ray macroanalyzer X-ray photoelectron spectrometer Auger electron spectrometer (AES) Secondary-ion mass spectrometer (SIMS) Fourier-transform infrared absorption spectrometer (FT-IR) Scanning electron microscope (SEM) Transmission electron microscope (TEM) Analytical electron microscope (AEM)
Material testing	Tensile testing machine Bend testing machine Charpy impact testing machine Hardness testing machine Creep testing machine Salt spray tester
Nondestructive inspection	Radiographic tester Ultrasonic tester Magnetic flaw tester Eddy tube tester

Table 3 Examples of analysis executed in KTEC

Materials	Contents of analysis
Ultra-high pure metals	Metal component and impurity elements in ultra-high pure metals such as Fe, Si, Ta, Au, and Pt
Metals and alloys	Main elements and trace elements in Ti alloy, Mg alloy, Mo alloy, W alloy, and Pb alloy Au, Ag and Pd in alloys for dental treatment Oxygen and nitrogen in low boiling point metals
Rare earth materials	Main elements and trace elements in magnetic materials such as Sm-Co alloy and Nd alloy Super conducting materials containing rare earth elements Various rare earth ores
Ceramics	Main elements and trace elements in Al ₂ O ₃ ceramics, ZrO ₂ ceramics, and Si ₃ N ₄ ceramics
Others	Organic Ge in health food Archaeological excavations

切な定量分析方法を早く選択することにより、正確かつ迅速な分析を行うよう心がけている。

なお、試料をそのままの形であるいは機械的方法による成型によって機器分析（発光分光分析や蛍光X線分析）にかけられるケースは少なく、通常は種々の酸やアルカリを用いて試料を化学的に分解して調製した溶液試料や適切な融剤を用いて作製したガラスビードなどを用いる。

溶液試料による分析では、湿式化学分析法（重量法、容量法、吸光度法など）、原子吸光分析法、ICP 発光分光分析法などを適用し、ガラスビード試料には蛍光X線分析法を適用する。

最近依頼される分析内容の特徴は、新素材の極微量元素の分析や高純度物質中の主成分および微量元素の分析が増加してきたことである。このような分析には、ICP 発光分光分析法やフレイムレス原子吸光分析法などの各種方法を駆使している。

極微量分析については、特にまわりの環境による汚染に注意を払い、また高含有率元素の分析では試料の秤量、共存元素の分離操作などに細心の注意を払うことにより、分析精度や正確さの向上に努めている。

新素材関係の試料の中には、酸などに容易に分解しない試料も多く、このような場合には耐圧ポンプによる加圧酸分解法²⁾を適用している。難分解性のセラミックスなどの分析には、アルカリまたはアルカリ塩による高温融解法を適用する場合もある。

そのほかに、新素材関係では酸素、窒素、水素のガス成分の分析も増加しており、中でもすず、鉛、亜鉛など低沸点金属合金のガス成分の分析依頼も多くなった。この分析は特別のノウハウを必要とし、当社が多くの経験を積んでいる分野の1つである。

試料を直接分析する方法は、発光分光分析法と蛍光X線分析法が最も一般的で、微小試料の場合は主に EPMA を用いている。

2.2 物性評価

種々の材料あるいは製品の物性を詳しく調べるためには、単なる元素分析だけでは対応しきれず、近年物理分析法に基づく物性評価の要求が急増してきた。

物性評価の手段として、当社では Table 2 に示した各種の物理分析装置を目的に応じて使い分けているが、複数の装置を用いてデータの信頼性を高めるのが普通である。

当社では、専門の技術者が依頼内容に応じて最も適切と思われる方法を選び、得られた結果に対して総合的なアプローチを行った上で、ユーザー各位から提起された問題点の解決に役立つようなコメントをつけ加えるよう努力している。また、総合的な判断に基づいて材料の選択や品質の改善などについての助言も行っている。

最近受けた依頼の中から物性評価にかかわる主なものを要約して Table 4 に示す。また、その具体例とその調査にどのような方法を適用しているかについて簡単に紹介する。

2.2.1 表面状態の調査

種々の材料や製品表面の皮膜を構成する元素の量や化合物の種類は、化学分析法、蛍光X線分析法、赤外分光分析法などで調べることができるが、皮膜断面の元素の分布状態を知るには EPMA を用いる。また、皮膜の深さ方向の元素の分布状態は、イオンスベックリングを併用し、皮膜層を剝離しながらオージェ電子分光分析法 (AES) により調べる方法がよい³⁾。

そのほか、グロー放電発光分光分析法も深さ方向の元素分布を調べるのに簡便で有効な方法である⁴⁾。

試料表面に付着した異物などの調査にも上記の各種方法を適用している。

Table 4 Examples of physical properties testing executed in KTEC

Items	Contents of physical properties testing
Surface state	Chemical composition change in the direction of thickness of film on steel plate surface Abnormal phenomenon occurred on the surface of printed wiring base
Breakage and damage	Machine parts (shaft etc.) breakage Machine parts damage in special atmosphere
Corrosion	Machine parts corrosion Plated steel corrosion
Alien substance	Alien substance mixed in plastic product Alien substance adhered to bearing
Others	Properties of welded joints Bonding strength of metallic parts with adhesive

2.2.2 破損、破断原因の調査

機械部品などの破損や破断の原因を調べるには、破損部位あるいは破断面の微細な形態変化を調べることが必要で、まず光学顕微鏡や SEM などを用いて観察を行う。

次に、その材質の強度を確認するために、必要に応じて引張試験、硬さ測定、ミクロ組織調査などの材料試験を行う。

なお、材料が有害雰囲気中で破損したような場合は、雰囲気中の有害物質が破損部に付着していることがある。この場合は、破損部上の付着物を EPMA などを用いて元素分析を行い原因解明の手がかりとする。

2.2.3 腐食原因の調査

金属などの腐食原因は、まず表面から剝離した腐食生成物を EPMA などを用いて含有する元素を分析すること、あるいはX線回折法やフーリエ変換赤外分光分析法 (FT-IR) などを用いて化合物を同定することから始める。

含有する元素、化合物の種類がわかれば腐食の原因となった物質がまわりの環境に起因しているのかどうかも推定でき、また腐食の原因となった化学反応を推定できる場合もある。

2.2.4 その他

特殊な例として、ステンレス鋼製部品の接着剤による接合強さの比較調査を挙げる。この場合は、蛍光X線分析法により部品表面の元素を定性分析し、またX線光電子分光分析法 (ESCA) で光電子スペクトルを測定することによって、接合強さの差が特定元素の不働態膜の相違および化合物の違いに起因していることが推定できた。

2.3 材料試験

製鉄所では、鉄鋼製品について種々の材料試験を実施しているが、この分野でも分析の場合と同様長い経験と技術の蓄積を有している。

素材が十分な強度を持っているかどうかを確認するためには、その素材の化学組成のほかに引張強さ、衝撃強さ、硬さなどを知ること、また場合によっては金属組織や清浄度などの試験も必要になる。当社で実施している材料試験のうち主な測定項目を Table 5 に示す。

最近では、高温下における金属材料の強度や硬さ測定のほか、焼入れ条件の選定についても実施している。また、セラミックス製品などのように金属以外の材料についても機械試験の依頼を引受け

Table 5 Outline of material testing and nondestructive inspection services in KTEC

Items	Contents of testing
Mechanical testing	Tensile test
	High temperature tensile test
	Bending test
	Charpy impact test
	Hardness test
	Erichsen test
	Conical cup test
	Weld joint test
	Fatigue test
	Creep test
Metallography	Macro-structure measurement
	Micro-structure measurement
	Non-metallic inclusion measurement
	Austenite grain size test
	Ferrite grain size test
Corrosion test	Intergranular corrosion test (10% oxalic acid test, $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ test, 65% HNO_3 test, $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-CuSO}_4$ test)
	Stress corrosion test
Nondestructive inspection	Radiographic test
	Ultrasonic test
	Magnetic flaw test
	Liquid penetrant test
	Eddy tube test
	Residual stress test

ており、ユーザー各位の御希望に応じてさらに試験対象を拡大していきたい。

2.4 非破壊検査

非破壊検査は検査対象物を傷つけたり破壊することなく、それらの内部構造や欠陥の有無を調査し、使用の可否あるいは欠陥のグレード評価を行う検査法のことである。

当社は日本非破壊検査協会認定の資格を有する検査技術者を多数擁し、各種の検査機器を用いて次のような業務を行っている。

- (1) 石油タンク、ガスタンクの定期開放検査
- (2) 鋼構造建築物の溶接部の検査
- (3) 配管溶接部の完成検査
- (4) 高圧容器、圧力構造物、熱交換器等の定期保守検査
- (5) 鋳造品、鍛造品、機械部品の製品検査

当社が実施している非破壊検査の種類を Table 5 に示す。

非破壊検査が現在最も多く利用されているのが材料および溶接部の欠陥検査である。これは設備製作時に行う製造時検査と使用開始後一定の時期ごとに行う保守検査とに大別できる。

非破壊検査で検出した欠陥部については、分析、材料試験、物性評価等の破壊試験を併用することによりさらに広い範囲の調査を行うことができる。すなわち、単に欠陥の検出を確認するだけではなく使用されている材料の適否の判断、製造技術の改善等を含めて品質改善のためのアドバイスも行うので、一段とレベルアップした成果が得られる。

一方、当社では事前の調査見積りから現地への検査員の派遣に至るまでの一連の作業をスムーズに実施できるよう十分な設備と要員を備えている。

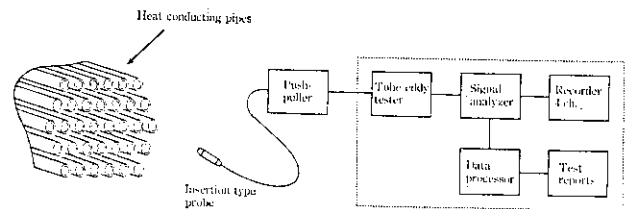


Fig. 2 Block diagram of tube eddy testing

なお、最近、当社が日本クラウトクレーマー・フェルスター(株)およびユニ電子工業(株)と共同で開発した挿入型渦流探傷装置は、発電所の復水器、化学プラント等のボイラー、熱交換器伝熱管の内外面探傷をコンピュータによりリアルタイムで検査することができ、内外から高い評価を得ている。

本装置の構成を Fig. 2 に示す。本装置は、人工傷による傷信号と傷深さの対応曲線をコンピュータに記憶させておくことにより、製品探傷後の傷信号から傷深さ、位置を自動的に測定でき、しかもリアルタイムで検査報告書を作表することができる。1万本の検査時で、検査日数を2~3日短縮させることができ、約30%の省力を可能にした。また、人の介入なしにデータが解析されるので、人的エラーもなくすることができた。

2.5 技術販売

2.5.1 機器分析のための校正用試料の販売

鋳鉄や各種合金類を製造している工場では、工程管理分析に発光分光分析装置や蛍光X線分析装置が広く使用されている。これらの分析装置を正しく使用するためには、均質で、元素の含有率が明確な機器校正用の試料が必要である。

当社では、水島事業所を中心に長年の実験、研究の結果、試料内偏析が非常に少なく金属組織が均質な鋳鉄の白鉄化試料の製造法を確立し販売している。

Photo 1 に当社で製造した鋳鉄試料と外国製試料についての組織写真の例を示すが、当社のものは樹枝状品が非常に微細で均質であることがわかる。

Table 6 に製造品種と含有元素を示すが、分析目的に適した含有元素と含有率範囲をもった校正用試料をユーザー各位の御希望に応じて提供することができる。当社で製造した校正用試料は、すでに多くの電炉メーカーで利用されている。

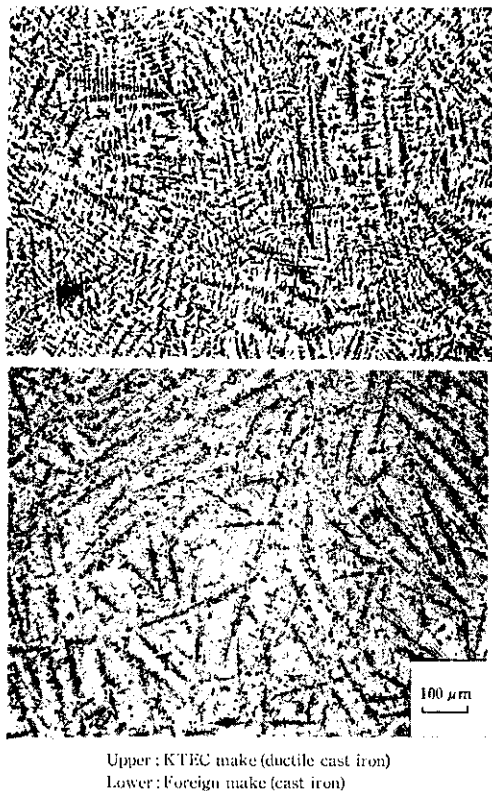
2.5.2 技術支援

(1) 国内での活動

発光分光分析装置や蛍光X線分析装置などの大型分析機器の導入は、これまで比較的規模の大きい企業や研究機関が主であったが、近年中小規模の企業でも積極的に導入するようになった。しかし、これらの分析装置を保有する企業の中には利用技術を持たないところもあり、最近各所から技術支援の要請が強くなってきた。当社では、長年にわたる経験と利用技術の蓄積を活かし、技術支援活動を行っている。

発光分光分析装置を新規に導入する場合を例にとれば、当社の技術社員を相手方に派遣し、分析条件の設定、検量線の作成、共存元素の影響補正、分析データの管理方法などについてきめ細かな技術支援を行い、早期立上げに協力させていただいている。また、すでに設備を保有しているところに対しては利用状況を診断し、設備管理、精度管理の面で助言や改善を行い、設備のメンテナンスおよび分析精度の向上に協力させていただいている。

一方、分析・試験設備利用上の支援だけではなく、御希望に



Upper: KTEC make (ductile cast iron)
Lower: Foreign make (cast iron)

Photo 1 Comparison of micro-structure of cast iron samples between KTEC make and foreign make

Table 6 Main calibration samples for instrumental analysis and their constituent elements

Kind of sample	Constituent elements
Normal cast iron	C, Si, Mn, P, S, Al, Cu, Ni, Cr, Mo,
Alloy cast iron	V, Ti, B, Pb, Sn, Sb, Zn, Ce, Ca, Mg,
Ductile cast iron	Bi
Nickel alloy	C, Si, Mn, P, S, Al, Cu, Ni, Cr, Mo, V,
Copper alloy	Nb, Ta, Ti, B, Fe, Co, Pb, As, Sn, Sb, Zn, Ca, Mg, W

応じて分析・試験業務全般における問題解決や分析システムの構築などの面でも支援させていただいている。

(2) 国外での活動

- (a) 台湾：昨年、嘉德技術開発股份有限公司 (KATEC) が設立され、東和鋼鐵企業股份有限公司の工程管理分析と台湾における分析・試験受託業務を支援している。
- (b) 韓国：韓国の浦項総合製鉄・光陽製鉄所第3期建設の分析関係について、当社は川鉄商事(株)のインナー総合アドバイザーおよび技術コンサルタントとして協力している。

2.6 分析・試験装置の販売

2.6.1 Kevex 社製エネルギー分散型蛍光 X 線分析装置

1987年4月より、米国 Kevex 社製エネルギー分散型蛍光 X 線分析装置の国内における販売権を川鉄商事(株)と当社が保有し、営業活動を開始した。本装置の技術サポートはすべて当社が担当している。装置の特徴を以下に示す。

- (1) 工業用迅速分析システム (Kevex 6700 シリーズ) は、操作を極力簡便化し、試料をセットするだけで ^{22}Ti から ^{232}U まで

(試料室を真空に引けば ^{11}Na ~ ^{232}U まで) の元素を 10 秒程度の時間で分析することができる。

- (2) 汎用分析システム (Kevex 770 シリーズ) は、高輝度 X 線管の開発により従来のものに比べて 10~100 倍の感度が得られ、2 次ターゲット励起方式 (Kevex 社特許) の採用により分析精度を改善している。

また、特別な検出器 (Kevex 社特許) が開発され、従来 ^{22}Na より重い元素しか分析できなかったが、 ^{7}N まで分析可能となった。

当社は、この 2 年間でメンテナンス技術を完全に習得し、国内に設置されている同社製装置はすべて当社がメンテナンスを実施している。営業開始以来すでに 47 社 (大学、官公庁を含む) の装置についてメンテナンスを実施し、迅速な技術サービスでユーザー各位の好評を得ている。

2.6.2 自社開発装置

当社の水島事業所で開発した発光分光分析用電極円錐研磨機 (タングステン用研磨機および黒鉛、タングステン両用研磨機) は、発光分光分析装置を利用している企業で多く使用され好評を博している。

このほか自社開発したものとして、水素分析用試料予備加温装置、ガス分析用試料自動調製装置 (放電加工機) などがある。

3 むすび

川鉄テクノロジー総合検査・分析センターの分析・試験受託業務の一端を紹介した。技術革新が目覚ましい昨今、信頼性の高い分析・試験があらゆる技術分野で要求されるようになった。しかも、単なる定性、定量分析だけではなく、状態別定量分析や物理分析法を駆使した物性評価など、依頼される内容は非常に高度で多岐にわたっており、総合的な判断を必要とする場合が少なくない。

かなりの規模の企業でも、高価な分析・試験機器を目的に応じて何種類も備え、また熟練した技術要員を自ら養成するとなると、多額の設備費用と人件費を負担しなければならず、はなはだ不経済となる。最近の分析・試験機器は 1 台 1 億円以上するものも珍しくなくなった。したがって、これらの設備に多額の代価を支払うことを考えるならば、専門的分析・試験会社に委託することによって、信頼性の高い分析・試験データを手早く得ることの有利性は十分考えられる。特に、当社の総合検査・分析センターでは信頼性の高いデータを安価に短時間で提供することをモットーにしており、当然のことながら依頼内容の機密保持も厳守しているので、安心して利用していただけるものと確信する。

今後とも、時代の変化、技術の目覚ましい進歩に遅れることなく、分析・試験技術の研鑽向上に努めると共に、ユーザー各位の御要望に機敏に応え、信頼を一層高めていきたい。

参考文献

- 1) 鯨井 脩：プラズマスペクトロスコピー，8 (1988)，111-120
- 2) 内田哲男：ぶんせき，(1986) No. 1，9-15
- 3) 大橋善治，角山浩三：川崎製鉄技報，8 (1976) 2，174-188
- 4) 古主泰子，大橋善治：鉄と鋼，72 (1986) 11，1767-1774

〈問い合わせ先〉

川鉄テクノロジー(株) 総合検査・分析センター

総括技術室 TEL 0472-61-6711 FAX 0472-62-2199
千葉事業所 TEL 0472-62-2313 FAX 0472-66-7220
水島事業所 TEL 0864-47-4621 FAX 0864-47-4618
阪神事業所 TEL 078-251-5876 FAX 078-251-7174
知多事業所 TEL 0569-24-2880 FAX 0569-24-2990