

熱分析と品質管理

近藤 良夫*

Thermal Analysis and Quality Control

Yoshio Kondo*

The concept of quality control has been expanded in Japanese industries from the activities in the narrow field of manufacturing and inspection into the company-wide activities. Assurance of quality of the manufactured products is the most essential function, and, above all, the assurance of safety and reliability of the products is of basic importance. In order to assure the quality of manufactured products, the activities of designing quality and testing should be improved; testing the reliability of the manufactured products and the improvement of the quality of design are closely related. Along with the rise of productivity in the manufacturing processes by means of mechanization, computer control, etc., on the other hand, the prompt feed-back of data of the manufactured products to the manufacturing process is indispensable for the appropriate process control.

The measurements of bath temperature and carbon content of molten steel by means of "sub-lance" during the process of LD oxygen converter and the employment of high-frequency induction heating dilatometer to improve the welding characteristics of alloy steel were described as the examples of application of thermal analysis in the quality control activities.

1. ま え が き

第2次世界大戦の終了後、1946年にわが国に導入された品質管理 (quality control)¹⁾の考えかたと手法は、その後30年あまりの年月の経過とともにわが国産業界に定着し、そのユニークな活動によって、わが国で生産される多くの製品の優れた品質を支える大きい柱となっている。導入の当時は、製造、検査など比較的せまい分野への統計的方法の応用を主体としていたQC活動は、その後次第に営業、設計、購買、人事、経理など企業の多くの部門をも包含する総合的品質管理 (total quality control) 活動へと発展、普及していった。これと同時にこれらの部門を統括する経営者、部門長などの方針管理とQCの内部監査活動²⁾も活発となり、またこれらとあいまって現場第一線の従業員による自主的なQC活動の重要性が認識され、QCサークルと呼ばれる自主的な小集団活動³⁾もさかんに行なわれるようになった。

このようにわが国の企業におけるQC活動は、いわば全社的品質管理 (company-wide quality control) へと発展したが、その特長として、会社の多くの部門の活動を製品品質の保証 (assurance of quality) を中心とする機能によって整理し、その方向づけと総合化を指向するとともに、このような活動へ会社全員の人間が自主的に参加し活躍していることがあげられる。いわばこの活動は、その活動のスペンがきわめて広いのと同時に、それに参画する層の厚さがきわめて厚いことにその大きい特長があるといえよう⁴⁾。

品質管理活動のねらいは、製品品質の「使用ならびに環境への適合性」⁵⁾ (fitness for use and environment) を確保し、改善することにその重点がおかれる。このためには設計の品質 (quality of design) を実際の製品品質のなかに作り込み、いわば合致の品質 (quality of conformance) を実現する製造、検査の活動がその必要条件として重要であることはいうまでもないが、これに加えてさらに重要なことは、設計の品質自体を使用の目的ならびに環境条件に適合させるための努力であり、これを無視しては顧客の満足を確認することは不可能である。このようにして顧客に対して製品品質を保証する

*京都大学工学部冶金学教室：606京都市左京区吉田本町

Department of Metallurgy, Kyoto University,
Yoshida Honmachi, Sakyo-ku, Kyoto 606

には、たんにその製品の機能だけではなく、安全性、信頼性などについてもじゅうぶんな検討が必要である。特に、消費者保護の立場から製品の安全性が強調され、また環境管理や資源、エネルギー確保の面から廃棄物の処理や循環利用、省エネルギーなど製品品質と環境とのかわり合いが重視される現在、企業の品質保証活動の重要性はますます増大しつつあり、またこのような活動なしに、企業の今後の発展が期待されるとは考えがたい。

一方、製品品質をつくり込む製造工程に注目すると、それらの機械化、自動化などによる労働生産性の向上は、労務費の高騰しているわが国にとっては焦眉の急務である。とくに開発途上国の追上げがきびしいわが国にとっては、これらの方法によって製造原価の大幅低減に成功することは一つの活路をひらくことにもなる。これらと関連して、製品品質測定用センサーの開発、機器分析の活用、計算機制御技術の確立などは重要なキーポイントである。

熱分析の技術は種々の物質の物性、反応速度などを基礎的に解明するための方法として開発され、種々の改善の結果、現在に至っている。工業に用いられる原材料、部品、中間製品、最終製品などの高温における物性や挙動の解明は品質および工程の設計ならびに品質保証の基礎データを提供するためのものであり、上に述べた品質管理活動と関連することは改めて述べるまでもない。しかしその反面、熱分析の技術が例えば上に述べたオンラインの工程管理や製品の信頼性確保などの面にさらにひろく有効に活用されるためには、今後さらにそのための技術開発が必要であると思われる。本解説では、主として金属工業に関連する二、三の例を挙げ、これらについて説明を試みることにする。

なお、本解説の表題をやや拡大して解釈すると、熱分析そのものの管理にも触れるべきであろう。これは信頼性のある熱分析の測定結果を確保するための計測管理の問題であり、このことはまた、あとで述べる信頼性テストのように、特に長時間を要する測定においてはきわめて重要であると考えられる。しかしこの問題についてはここでは深くは触れないこととする。

2. 工程管理と熱分析

製造工程においては、設計の品質に合致した良品を製造するための工程管理が重要であることはいうまでもない。いくら不良品の生産性を向上しても、まったく意味はないからであり、また全数検査による良品と不良品の選別は、一般にきわめて見落しの多い作業だからでもある。またすでに述べたように、製造工程の機械化、自動化などによる生産性の向上と、迅速で所要精度の確保さ

れた製品品質測定技術の開発とは互いに不可分の関係にある。

鋼の精錬に用いられる純酸素上吹転炉(LD転炉)製鋼法は1953年オーストリアで開発され、従来用いられていた平炉製鋼法などに比べると、製品中の窒素濃度や非金属介在物の量も少なく、良質の鋼を製造することが可能であり、また溶鉄の脱炭速度も大で、1バッチの精錬所要時間も20分ないし40分で、平炉製鋼に比べると1/10ないし1/20に短縮された。またその建設費も平炉工場の60%程度である。このような多くの利点から、この製鋼法は急速に世界各国に普及し、とくにわが国のLD転炉法による粗鋼生産量は1961年以来、世界で第1位を占めている。

LD転炉製鋼法では、溶鋼表面の直上に設置されたランスの先端から純酸素が高速のジェット流で溶鉄表面に吹付けられ、溶鋼ははげしく攪拌される。またこの酸素と溶鋼中の炭素との反応によって生ずるCOガスも溶鋼を攪拌することになるので、炉内のスラグや溶鋼の激しい対流が生じ、精錬反応の速度は平炉や電気炉法に比べていちじるしく高められる。

平炉法のように、1バッチの精錬に数時間もしくはそれ以上の時間を要する場合には、溶鋼の成分調整も炉内からサンプルを採取し、その成分を分析しながら、なかば試行錯誤的に行ない得る時間的余裕があった。しかしLD転炉法では、1バッチの精錬がきわめて短時間のうちに終了するので、このような悠長なやりかたは許されない。そこで精錬後の溶鋼組成を所定の範囲内に的中させるために、精錬終了時における溶鋼の組成や温度を種々の精錬条件と関連づけて、できるだけ正確に、また精度よく推定し、また一方では、これらの多くの精錬条件を適切に調節するため、電子計算機を用いる制御方式が開発され、実用に供されている。

さらに、この精錬終点の溶鋼成分と温度的中率を向上させるため、最近ではサブランスと称するセンサーを取付けたランスを炉内に設置してダイナミック制御を行なうことが通例となり、良好な結果が報告されている^{(6)~(8)}。この方法の特徴は、サブランスによって精錬途上の溶鋼温度と成分を測定し、この測定時点から精錬終了時までの溶鋼の昇温速度と脱炭速度を制御して、終点を目標の成分および温度の範囲内に的中させることにある。

サブランスの配置とこれに取付けられるプローブをそれぞれ図1および図2に示した。図1に示すようにサブランスは酸素吹込み用ランスの側部に設置され、先端に装着されたプローブおよびサブランス昇降駆動装置、プローブ自動着脱装置などから成る。またプローブは図2に示すように2個の熱電対を備え、プローブ先端の熱電

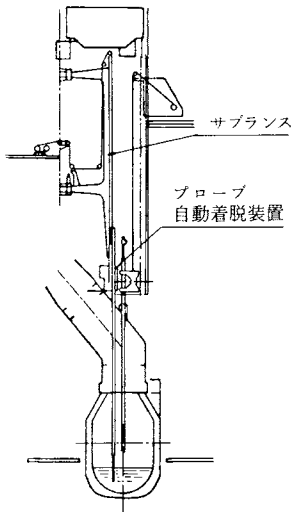


図1 サブランスの配置⁷⁾

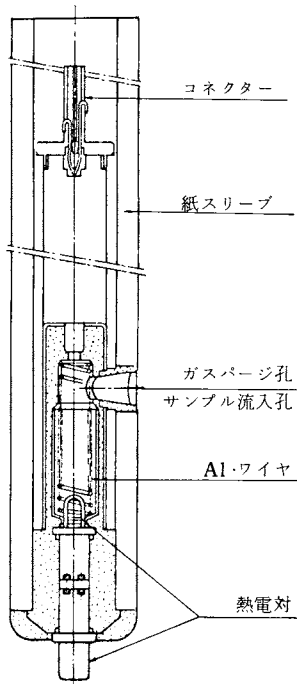


図2 プローブ⁷⁾

対によって鋼浴温度が、またサンプル室内に設置された熱電対によってこの室内に流入した溶鋼サンプルの冷却曲線が記録される。別途に測定された溶鋼の凝固温度に対する炭素濃度の回帰式を用いて、この冷却曲線から溶鋼の炭素濃度が求められる。図3にはこのプローブによって測定された冷却曲線と鋼浴温度の一例を示した。同図の指示温度曲線のピークはプローブのスラグ層通過時に測定されるスラグ温度をあらわしている。

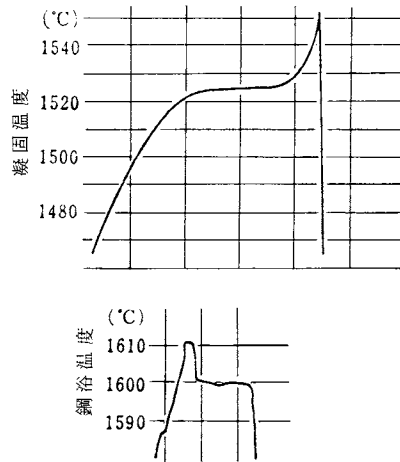


図3 溶鋼の冷却曲線と鋼浴温度⁷⁾

またこれらの温度検出端に関しては、プローブが高温ガスや厚いスラグ層を通過する間に溶損せず、かつ溶鋼中で精度よく測温できるように設計されており、また炭素濃度検出端については、例えばガスバージシステムを採用して、プローブのスラグ層通過中はサンプル室に上部から空気を吹込むことによってスラグの侵入を防ぎ、溶鋼中でスラグの混入の少ない溶鋼サンプルを採取できるようにするなどの工夫がこらされている。このようにして本測定法により精度よく溶鋼の温度と炭素濃度が測定され、例えば炭素濃度の測定精度は低炭素濃度領域で $\sigma = 0.011\%$ 、高炭素濃度領域で $\sigma = 0.019\%$ と報告されている⁷⁾。

このようなセンサーを用いることにより、転炉を直立させたままで、溶鋼の温度と炭素濃度を精度よく測定し、出鋼時の温度と成分を目標値の中のさせるように制御することができる。したがって従来、精錬の終点において炉を倒して測温とサンプリングを行っていた方法にかわって、作業員の高熱作業が軽減され、サンプリング、測定時間の短縮、製鋼能率の向上、終点温度と成分的中率向上に大いに貢献している。

さらにこのサブランスによってLD転炉精錬過程に関する正しい情報を得るためには、たんに上に述べた測定法に関する検討だけでなく、サンプリングに関するじゅうぶんな検討が必要である。とくにLD転炉の酸素ランス近傍ではさきに述べたように酸素ガスによる鋼浴の激しい脱炭反応がおこっているの、この付近では溶鋼温度も高く、炭素濃度も低下していることが予想される。そこでサブランスにより鋼浴の代表的な測定値を得るためには、標準パターンによる精錬を行ない、この精錬途上の所定時刻においてサブランスによるサンプリングと測定を行なって鋼浴中の温度および炭素濃度の分布をあら

かじめ把握しておくことが必要である。このようにして明らかにされた鋼浴中の垂直方向の温度分布の一例を図4に示した。これらの検討によってサブランスによる測定位置が決定される。

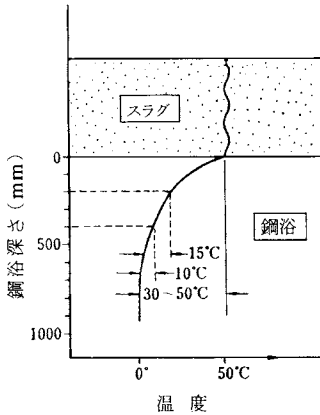


図4 鋼浴の温度分布⁷⁾

3. 品質保証と故障解析

まがきでも触れたように、製品品質の保証は今後の企業のありかた、社会責任などと密接に関連して、ますますその重要性を増すことが予想される。製品の種類、使われかたなどによって、その品質保証のありかたが異なってくるのは当然のことであるが、たんに製品の出荷時点における品質だけでなく、顧客の使用開始からどれ位の期間にわたって品質を保証しなければならないか、顧客はその製品をどのような環境のもとで、どのような使いかたをするのかなどを明らかにすることがその基本として重要である。

また、これらの実態をメーカーとして明らかにするためには、たんに製品に関するクレームや苦情に関する情報を待ってこれらに対処するだけでなく、製品品質に関する情報をマーケットにおいて積極的かつ組織的に収集し、さらにこのようにして集められた情報を社内にフィードバックし、積極的に活用すべきである。これらの活動によってはじめてその製品の果すべき機能、安全性、信頼性などをテストするためのテスト項目、テスト条件などが確立され、設計品質などの改善につながるのである。また、これらの活動のサイクルを繰返すことによって、個々の製品品質が改善されるだけでなく、品質保証に関する企業内のシステム、関係者の能力のレベルアップも期待される。これらはさきに述べた全社的品質管理活動の重要な狙いに他ならない。

これらの活動は、例えば新製品の信頼性設計につながることは言うまでもないが、さらに商品によっては、品

種を選択し、購入を決定する人とその商品を実際に使用する人とが異なる場合も多い。これらの人たちの間でその商品に対するニーズがデリケートに異なることもあるので、使用中における品質保証に対して深い配慮を払うべきことは言うまでもないが、前者の希望をもできるだけ満足させるための努力もまた必要である。

多くの鉄鋼製品のように、単一のメーカーだけで最終製品が完成されず、一次、二次さらに三次メーカーなどいくつかのメーカーで、それぞれの工程を経ることによって最終製品が出来上るような場合にも、最終製品のユーザーのニーズと中間メーカーのそれとは一般に異なってくる。後者のニーズは主として自社の工程における生産性の向上や原価の低減などにその重点があるので、この場合にも最終製品の品質保証に加えて、中間メーカーのニーズをも満たすための配慮が必要である。

品質保証活動のなかで、製品の信頼性の確保は今後ますますその重要性が増大するであろう。顧客の購入時点における製品品質がいくら満足すべきものであっても、すぐに故障をおこすような製品の商品価値はきわめて低いからである。また信頼性の高い商品のアフターサービスが容易となることは言うまでもない。英国のテレビメーカーにとって日本製のカラーテレビは頭痛のたねであるが、街のテレビ屋からは大歓迎をうけているのは、このような理由によるものである。

製品の信頼性に関する研究は電子部品、電気・電子製品を中心としてはじまり、宇宙開発などの進展とともに発達し、現在ではさらに多くの種類の製品についてその研究が進められている。信頼性は製品品質の経時的変化を対象とし、その使用期間中における故障の真の原因を解明してこれらを除去し、さらに再発防止を行なうことによって使用中の品質を保証することを目的とする。ここで言う故障とは、動作や環境などによるストレスによって対象となる製品がその機能を失うことを言うが、必ずしも破壊や完全な機能喪失だけでなく、機能の低下をも含むものである。

このような活動においては、「故障の状態を表す故障モード (failure mode)、特性値の変化、故障の発生時間などを観測し、さらにその誘因となる動作ならびに環境ストレスと時間との結びつきにおいて、故障メカニズム (failure mechanism) を追求し、故障の真の原因を明らかにして、これを除去し、再発を防止する⁹⁾」ための故障解析 (failure analysis) がその中心となる。

またこの故障解析は、事前故障解析と事後故障解析にわけることができる。前者はたんに市場における故障の発生を待つのではなく、品質保証の立場から製品の開発、設計、試作などの段階で信頼性に関するデザインレビュー

表1 故障解析法の例(電子部品)⁹⁾

分類	方法	検知される欠陥
1) 故障情報の統計的解析による故障原因の推定方法	ヒストグラム ハレット線図 推定・検定 分散分析 判別関数 回帰分析 分布の把握	故障要因・モードなどの層別 " 劣化などの差異分析 " 良否の判別など 劣化傾向などの解析 "
2) 強制的に劣化および破壊させて調べる方法	ステップ・ストレス法 ストレス増加法 定ストレス限界法	強度限界の把握など " "
3) 潜在的不良箇所の解析方法	光学顕微鏡 X線透視解析 マイクロ波解析 SMA解析 サーモ解析 ラジフロ解析 タップ・テスト レーザホログラフィ解析	傷、不均一性 ハンダ付け不良、ポイド、カシメ不良 厚さ、誘電体、表面の凸凹 異物、傷 温度分布の不均一性 リーク 傷、割れ 振動、空洞、クラック
4) 劣化と相関性の強い特性の解析方法	電流雑音解析 THI解析 高周波雑音解析 コロナ雑音解析 絶縁抵抗(導電率) GARD	端子部不良、不均一性 非直線性、不均一性 ハンダ付け不良その他 ポイド、絶縁不良 絶縁不良、電食 傷、不均一性、不安定性
5) 少し動作させて特性の悪いものを除去する方法	短時間過負荷 パルス試験 バーンイン 吸湿+短時間過負荷試験 煮沸+負荷 環境テスト+動作特性	半断線、皮膜不均一 傷、皮膜不均一 特性のパラツキ 短絡、電食 吸湿性、塗装不均一 特性パラツキ、絶縁不良
6) 構造・成分の分析を行ない、劣化との相関を調べる方法	電子顕微鏡 エレクトロン・マイクロ プローブ 電子線解析 X線回折 X線蛍光分析 ホーログラフィ 蛍光光度分析 質量分析 高分子分析 ガスクロマトグラフィ 発光安定性分析 放射線レーザー 熱分析	微小解析 微小部分元素分析 分子構造、表面構造 有機・無機・金属の定性分析 分子構造、反応機構解析 無機・有機・重金属の定量分析 微量成分 微量不純物の検出 定性分析 希ガス、炭化水素などの成分分離 元素分析 元素分析 熱破壊、熱減量

一、テストなどを積極的に行ない、それらが使用される段階で故障が発生しないよう材料や部品を改善したり、スクリーニングを行なう活動であり、これに対して後者は事前故障解析では発見できず、市場で発覚した故障品やその情報にもとづいて解析することによって再発防止を行なうものである。前者の活動はとくに重要であるが、後者も再発防止のため、また事前故障解析の体制を充実するために欠くことのできないものである。

以上のような活動は、製品やシステムの複雑化、高性能化に伴って進展し、またこのことによって製品やシステムの信頼性はさらに高まっている。また、急速な技術革新とあいまって、複雑な機能をもったデバイスや新しい部品・材料が続々と導入されている。このような動向から故障解析の技術も発展し、洗練され、種々の技術が活用されるようになった。これらの技術を総称した故障物理(physics of failure)が重視されるようになったのも当然のことである¹⁰⁾。

設計の段階において、使用される部品・材料などが外部からストレスに対してどの程度の信頼性をもってのけるかをじょうぶに把握しておくことは、事前故障解析の立場からみてきわめて重要である。過去における経験から、それがある程度把握されている場合にはあまり問題にはならな

いが、このような情報があまり利用できない新部品、新材料などの場合にはテスト、実験を行なう必要がある。このテストは一般に環境テストの形をとるが、その条件の設定にあたっては、ストレスの種類、強さを明確にする

必要がある。とくにストレスの強さをどの程度にするかは難しい問題であって、この強さを大きくすることはテスト時間の節約による能率化の点では有効であるが、ストレスを強くとりすぎて、フィールドで期待されるの

とはちがった別の故障モードを惹起することになると、そのテスト自体が無意味なものになってしまう。またこのテストによって、たんに故障の有無、故障発生までの時間などのデータだけでなく、その故障モードの把握、原因の追求を克明に行なうことが必要である。

また上に述べたように、これらの信頼性テストは、信頼性の要求が高まれば高まるほど、そのテスト時間、サンプル数が多くなる。したがってテスト自体を管理された状態において、精度のよい、信頼性のあるデータをとることが必要となる。このためには、テスト設備や計測器の信頼性や精度の確保など、テスト自体の管理がもっとも重要な仕事の一つとなる¹¹⁾。

電子部品を主な対象にした場合の有効な故障解析法の例を表1に示した⁹⁾。もちろん実際には、これらの方法を適切に組合せて解析を行なうことが有効であることは論をまたない。また、この表に示した分類1), 2), 4), 5)は主として故障モード自体を把握するためのものであり、これに対して分類3)および6)はその故障モードをおこした真の原因ならびに故障メカニズムの解明に有効である。分類3)および6)に属する方法は、同表にみられるとおり、多くの光学的方法を含んでいる。これらの光学的方法は故障原因を解明するためのもっとも実証的な方法であり、また故障発生場所とその周辺を精細に観察できるため故障解析手法の主流となっている。さらにこれらに加えて、不純物や発生ガスなどを分析するための種々の機器分析法があげられる。これらは局所的な故障場所とその状況を直接同定するための方法というよりも、むしろ故障原因をさらに追求するための手段であり、これらを光学的方法と併用することによって故障の真の原因を解明することが容易となる。

4. 熱分析の応用

これまで述べてきた品質保証の活動は、全社の品質管理の進展とともにひろい範囲にひろがりつつある。熱分析の技術はこれらの活動のうち、とくに新製品開発ならびにこれに関連する材料開発や基礎研究などの面で広範囲に活用されており、また活用されようとしていることは周知のとおりである。

しかし前節で述べた故障解析については、現在のところその主流をなすものは種々の光学的方法であって、熱分析とそれに関連する技術がこれらに置き換わることは考えがたい。さきにも述べたように、前者の方法は製品や部品の局所的な観察とその原因の解明に適しているのに対し、熱分析については少なくとも現在のところ、このような解析を行なうための技術がなお不十分と考えられるからである。熱分析はその対象とする物質に熱エネ

ルギーを与え、これに対する物質のレスポンスを測定する技術であるから、このレスポンスを正確に、また精度よく測定することは言うまでもないが、さらに熱エネルギーの付与のしかたにも種々の工夫が必要であろう。

例えば、上記のレスポンスの測定に関する計測技術の例として、例えば自動車のエンジンの温度計測、クラッチ、ブレーキなどの摩擦面の温度計測、エンジン部品の熱変形量の測定などが報告されている^{12), 13)}。

高周波加熱法は、これを適用し得る材質に制限はあるが、任意のガス雰囲気中における広範囲の加熱速度の選択が可能であり、したがって容易に局所加熱を行ない得るという点で、魅力的な熱エネルギー付与法の一つである。例えば新日鉄(株)製品技術研究所と富士電波工機(株)の共同研究によって開発されたフォーマスターF自動記録式熱膨脹計は、高周波加熱方式と熱膨脹計とを組合せた測定装置であって、鉄鋼材料の変態挙動の研究^{14), 15)}、新しい鉄鋼材料の熱処理条件の決定、溶接条件の決定¹⁶⁾などに用いられるほか、材質、溶接法などに基因する鉄鋼材料の故障解析にも活用されている¹⁷⁾。

船舶、原油タンクなどにみられるように、鋼構造物は最近次第に巨大化しつつあり、その信頼性の確保はますます重要な問題となっている。したがって、これらの鋼構造物の作製にあたって、その溶接部の靱性の低下防止はきわめて重要である。一方、これらの溶接工程では高能率施工を目的として、全板厚を1層で溶接する各種の大人熱自動溶接法がひろく採用される傾向にある。

通常の高張力鋼板にこれらの大人熱溶接法を適用すると、溶接継手の熱影響部、とくに融合線近傍(ボンド)の靱性がきわめて低下することが知られている。これはボンドが溶接の入熱によって約1400℃の高温にさらされるため、オーステナイト粒が粗大化するとともに、大人熱溶接では溶接後のボンドの冷却速度が小さく、ボンドの組織が靱性の低い中間段階組織にとどまるためである。これを防止するため、従来は溶接入熱量と溶接部冷却速度に制限を設け、これらを守ることによってボンドの靱性を確保することが行なわれてきた。ボンドの最高温度と冷却速度を実測し、これらを基準として種々の冷却条件における連続冷却変態図をフォーマスターF熱膨脹計によって測定することができる。さらにこの変態挙動と冷却後のオーステナイト粒径、再現熱サイクル衝撃テストなどを参考にして、ボンドの靱性を確保するための適正冷却速度が決定される。しかし、このような方法はせっかくの大人熱溶接法の生産性をも制限するものである。

したがって、大人熱溶接法におけるボンドの靱性改善策としては、この溶接における通常の冷却条件下でもボンドが粗大な中間段階組織にとどまることなく、細粒の

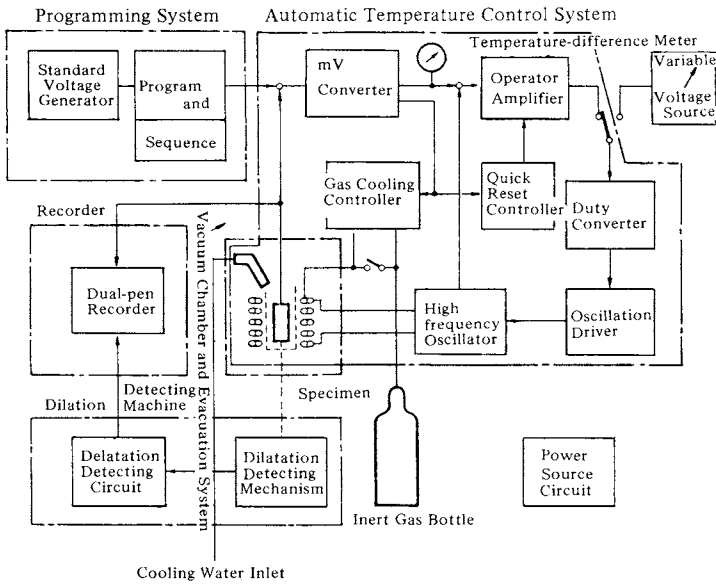


図5 フォーマスターF熱膨脹計ブロック・ダイアグラム

フェライト・パーライト組織となるような合金設計を行なうことが肝要である。

このような目的に対して長期間にわたる研究が継続され、その結果、高温度においても比較的安定なチタン窒化物を鋼中に微細に析出させることによって、ボンドにおける結晶粒の粗大化を防止し、さらにフェライト変態を促進することによって、ボンドを破壊単位の小さい細粒のフェライト・パーライト組織とすることに成功した。この研究においても上記のフォーマスターF熱膨脹計の利用はきわめて有効であった。この装置のブロックダイヤグラムを参考のために図5に示した。

昨年8月に京都で開催された第5回国際熱分析会議 (ICTA V) においても品質管理への熱分析の応用例が二、三報告されている。

薬品工業においては、ナトリウム塩中の遊離酸の測定や、製品の純度、結晶粒の大きさの差異を推定するために熱分析が使用されており¹⁸⁾、熱可塑性合成樹脂の品質評価においても、それらの融点、結晶化度、ガラス転移温度の測定、良品、不良品の選別、コポリマー組成の推定、充填剤の分析、熱安定性の評価など多方面にわたって熱分析が活用されている¹⁹⁾。

さらに潤滑油の高圧下における着火温度の測定²⁰⁾、水質分析の評価²¹⁾などにも適用された例が報告されている。

5. あとがき

この総説では、わが国の企業で熱心に行なわれている品質管理の活動と、そのなかで用いられている熱分析に

ついて、金属工業を中心として、具体的な事例を挙げて説明することを試みた。

品質管理ということばは、わが国でもかつては検査と同義語として理解され、また現在なお、諸外国の一部ではこのように考えられていることも多い。しかし本文で述べたように、わが国における品質管理活動はいまや全社の品質管理として理解され、その活動の領域はきわめて広い。しかもその中心をなすものは製品品質の保証であり、なかでも信頼性の確保はきわめて重要であると考えられる。

このような認識から、ここでは工場においてルーティンワークと考えられる原材料の受入れ検査、製品の出荷検査などに用いられる熱分析に

ついては、これらを記述することは省略した。これらの作業における重点は試料のサンプリングと計測の管理にある。

本文でプロセスコントロール、製品品質の信頼性向上などの事例を示したのは、この方面の活動が将来ますます重要になるであろうことが予測されるからである。文中にも述べたように、熱分析の技術は現在高度の発展を遂げたが、例えば故障解析などで要求される対象物の一部のみに関する物性や熱的挙動の測定はなお困難である。これは熱移動に基因する本質的な問題であるかも知れない。しかしこのような測定に関する関心は今後ますます増大するであろうから、これらについての今後の技術開発が期待される。

なお、ここでは金属工業における例を挙げるにとどまったが、他の分野の方々からさらに多くの具体的な適用事例を御教示いただければ幸いである。

文 献

- 1) 石川 馨編：“管理図法” p.10, JUSE出版社, 東京(1962)
- 2) Y. Kondo: *Quality* 13, 97, (1969)
- 3) QCサークル本部編：“QCサークル綱領” 日科技連出版社, 東京(1970)
- 4) 近藤良夫：機械の研究, 27, 749, (1975)
- 5) J. M. Juran: “Quality Control Handbook”, 3rd Ed., p. 2-2, McGraw-Hill Book Company, New York (1974)
- 6) 白石興隆, 竹村洋三, 福田重美, 柴田敏彦：鉄

と鋼 **61**, No.12, 182. (1975)
 7) 田中駿一, 山本倫久: 日本鋼管技報 No.73, 11, (1977)
 8) 荒木泰治: 学位論文 p.89. (1977)
 9) 石原勝吉: 品質管理 **25**, 800, (1974)
 10) 塩見 弘, 他: 品質管理 **24**, 975. (1973)
 11) 田部信雄, 中江由次, 丸山光幸: 品質管理 **26**, 1307. (1975)
 12) 古浜庄一: 内燃機関 **15**, (1976)
 13) 黒柳吉隆: 品質管理 **28**, 1252. (1977)
 14) 清水信善, 田村合男: 鉄と鋼 **62**, 1349. (1976)

15) 山中和夫, 大森靖也: 鉄と鋼 **62**, 895. (1976)
 16) 春日井孝昌, 稲垣道夫: 溶接学会誌 **44**, 687, (1975)
 17) 金沢正午, 中島 明, 岡本健太郎, 金谷 研: 鉄と鋼 **61**, 2589. (1975)
 18) H. J. Ferrari, N. J. Passarello: "Proc. of ICTA V", p. 376, Kagaku Gijutsu-sha Tokyo (1976)
 19) W. P. Brennan: ibid. p. 450
 20) K. Komamiya, K. Toshima: ibid. p. 387
 21) P. Literáthy, F. László: ibid. p. 384

記事

熱分析と工業標準化

昨年京都で行なわれた国際熱分析会議でも、熱分析を工業へ応用する動きが、話題となったが、工業標準化における熱分析の利用が、次第に盛んになってきた。まず、用語についてみると、国際熱分析連合の命名法委員会の勧告が、そのまま、ISO¹⁾とASTM²⁾に採用されており、フランスの小委員会の勧告が、フランス規格協会の規格に入れられた³⁾。これと並んで、国際熱分析連合標準化委員会のデータの報告に関する勧告も、前記のフランス規格³⁾の他、ASTM⁴⁾にそのまま取り入れられている。標準物質の使用もASTMでは規定されている⁵⁾。

各種の材料についても、熱分析を用いる試験が行なわれており、アルミナ含量の多いセメントのDTAによる試験について、イギリス化学会から勧告が出されている⁶⁾。他、TGによる電気絶縁材料の耐熱性評価法が、アメリカ電機工業会(National Electrical Manufacturers Association, NEMA)にあり⁷⁾、日本でも電気学会における検討結果の一部が出版されている⁸⁾。この分野では、国際的にも、国際電気標準会議(International Electrical Congress, IEC)によって、TG, DTA, DSCによる試験法の調査が始められ、解説と文献リストがそのdocumentとして⁹⁾発行された。

IECと並ぶ国際標準化機構(International Organization for Standardization, ISO)においても、プラスチックの分野で、TG, DTA, DSCが検討されている。TGによる熱安定性試験については、4回の国際共同実験の結果、試験法に関する試案がまとめられた¹⁰⁾。さらに、結晶性高分子のDTA, DSCによる融点測定についても、昨年から検討が始められている。このように、

熱分析も漸く研究室での測定器から、製造現場での試験器、さらに、取引業者間の試験方法へと応用範囲が広がってきたように思われる。

1) ISO/R-472 Addendum 4
 2) ASTM E 473-73
 3) NF T 01-021 (1974)
 4) ASTM E 472-73
 5) ASTM E 474-73
 6) Thermal Methods Group, Analytical Division of the Chemical Society, "Recommendations for the Testing of High Alumina Cement Concrete Samples by Thermo-analytical Techniques" (1975)
 7) NEMA Standards Publication No. RE 1-1974
 8) 電気絶縁材料耐熱性試験法常置専門委員会「短時間耐熱性試験予備試験結果その1—温度標準物質を用いた使用熱分析装置の検定—」電気学会技術報告(I部)第118号, 19(1977); 「短時間耐熱性試験法予備試験結果その2—ウニス塗膜の熱分析—」電気学会技術報告(I部)第121号, 1 (1977)
 9) IEC document, 15 B(s), 56(1977)
 10) ISO/TC 61/SC 5/TG 8, "Tentative Recommendation Thermogravimetric Investigations of Plastics by Dynamic Methods (Dynamic Thermogravimetry)" (1977)

(小沢丈夫)