

品質、機能トラブルの原因究明のための分析アプローチ(第1回)

寺田建司 (技術管理部 調査役)

1. はじめに

各種製品(工業用中間製品から末端消費者用商品まで)の研究開発プロセスや製品製造プロセスにおいて、機械的トラブル(機器や設備の故障等)とは別に、原因不明の品質上あるいは機能上の不具合(トラブル)の発生に遭遇することがある。表1に、この種の代表的なトラブル例を示す。

表1 品質あるいは機能上のトラブルの例

製品の形態	トラブル(異常現象)の例
気体 (半導体製造プロセス用特殊ガス、高純度ガスなど)	<ul style="list-style-type: none"> ・容器、配管等からの汚染の発生による客先での受入検査不合格。 ・受入検査合格にもかかわらず、反応速度の異常、製品での汚れ発生や性能異常等の使用時における異常の発生。
液体及びエマルジョン (各種の水溶液、有機工業薬品、各種二次加工用薬液など)	<ul style="list-style-type: none"> ・保管中における濁りや沈澱あるいは着色、変色の発生。 ・客先での使用時における異常現象(発泡、濁りや沈澱の発生、異常な発泡、反応性低下等)の発生。 ・製品での着色、異臭発生など。
粉体、顆粒、ペレット等 (無機工業薬品、プラスチック成形用材料、各種配合製品など)	<ul style="list-style-type: none"> ・客先での異物混入発見。 ・溶解性不良や粉立増大等、取扱い上の特性の変化発生。 ・フィルターの目詰まり頻度の増大。 ・液体の場合と同様な使用時における異常現象の発生。 ・溶融不良による成形品でのブツ(fish-eye)の発生。
加工製品 (部品及び組立製品など)	<ul style="list-style-type: none"> ・製品表面での汚れ、付着物、しみ、しわ等の発生。 ・製品のひび割れ等物理的特性の変化による欠陥の発生。 ・機能不良、作動不良等によるの不合格品の発生。 ・耐用年数(製品寿命)の短縮。

研究開発プロセスにおいては、新規の製品あるいは技術を開発するという業務の性格から、予期せぬ現象や異常なデータに遭遇することは頻繁であり、その原因究明が新しい発見や発明に繋がることもある。一方、製品製造プロセスは、確立された製造条件による管理された状態にあるのが通常でありトラブル発生の頻度は少ない。しかし、ゼロにすることは極めて困難であり、不可能と言っても過言ではない。製品製造プロセスでのトラブル発生は、研究開発プロセスでの発生に比べ、より大きな経済的損失に直結し、トラブル発生の工程が最終製品に近ければ近い程損害額が大きくなる。もし、販売後に発生した場合には社会的問題にも発展しかねない。

トラブル発生時には、直ちに原因究明に着手することになるが、発生は自社の製品あるいはプロセスにおいてのみでなく、客先の製品またはプロセス上ではじめて顕在化する場合がしばしばある。この場合には、早期解明に向けた両社間の真摯な情報交換が必須となるが、技術上あるいは営業上の秘密情報の開示を伴うことが多いため、必ずしも容易ではない。

本稿では、製品製造プロセスにおける品質あるいは機能上のトラブルに着目し、はじめに製造プ

ロセスにおける変動要因を概観した後、トラブルを分析的観点から捉えた特徴で分類し、次いで各特徴に合わせた原因究明のための分析アプローチ(分析デザイン)の一端を紹介することにした。そして最後に、トラブルの回避策ならびに発生時の原因究明を容易にするための事前方策について触れてみたい。

2. 製造プロセスにおける変動要因

製品の製造プロセスは確立されたものであるが、医薬品の場合のように法的に製造法の変更が厳しく制限されている特別な場合を除き、一般的には、工程の改善や合理化のために、あるいは顧客要求品質の高度化への対応のために、製造法の手直しが継続される。したがって、各種の変動要因が入り込む余地があり、それらのあるものが思いもよらぬトラブルを発生させることがある。

製造プロセスでの変動要因には、表2に示す意図的要因と非意図的要因がある。意図的要因は、あらかじめ目的とする品質及び機能が保持されることを確認した上で変更を意図するものである。

表2 製造プロセスにおける変動要因

意図的に入る変動要因	非意図的に入り込む変動要因
①歩留向上や製造時間短縮などを目的とした製造条件の一部変更。 ②コスト低減を目的とした安価原料への切替えや副原料(溶媒等)の変更。 ③品質、性能の更なる向上のための製造条件の手直し。	①購入原材料等の受入規格内での品質の変動。 ②購入原材料等の受入規格に規定されていない品質要因の変動。(原料メーカーの意図的要因による) ③作業員の未熟さによる変動。

非意図的な変動要因については、事前の把握ができず、品質や機能への影響の有無の検討そのものが困難である。意図的な変動要因であっても、品質や機能への影響を完璧に予測したり確認することは、時間的にも経済的にも不可能である。

したがって、トラブル回避対策と同時に、トラブルが発生した時の効率的かつ経済的な原因究明策を念頭に入れておく必要がある。

3. 分析的観点から捉えたトラブルの分類と特徴

トラブルは多種多様である。発生の原因は、製造プロセスにおける変動に由来するが、より根源的には、次の二つに集約される。

1) 不純物の混入または不純物の消失

- ①混入不純物そのものが直接的に品質、機能に悪影響を与えるケース。
- ②混入不純物に由来する副反応が発生し、副反応生成物が悪影響を与えるケース。
- ③不純物の種類や量の変化(マトリックスの変化)が系全体の物理的または化学的環境に作用し、その影響が製品の物理的または化学的性質に影響を与えるケース。

2) 異常反応(副反応)の発生

- ①製造条件の変化により、予期せぬ副反応が発生し、副反応生成物が品質、機能に悪影響を与えるケース。
 - ②製造条件の変動により、製品間あるいは製品内に品質や機能の偏りが生じるケース。
 - ③混入不純物と製造条件変動との複合作用により、異常反応が惹起されるケース。
- 上記の原因に基づく各種トラブルを、分析的観点から、トラブル発生系の(場所)、具体的トラブルの例(現象)、分析対象の特徴(試料)で分類すると表3のようになる。

表3 トラブルの分析的観点からの分類

発生系の系	具体的トラブルの例	分析対象の特徴	分析分類
均一系 (製品または系の全体に発生)	①濁り、沈澱等の発生 ②溶解性不良、不溶解物の発生 ③着色、変色、異臭の発生 ④結晶性等物理的性状の変化 ⑤出荷規格不適合製品の増加	・原因物質を探るのが主たる目的となる。 ・分析に使える試料は多いが、原因物質の濃度は一般に極めて低い。	痕跡分析(trace-analysis)
不均一系 (製品または系の局部に発生)	⑥固形異物の混入 ⑦ブツ、しみ、汚れ等の発生 ⑧付着物、析出物等の発生 ⑨品質の部分的偏りの発生	・異常現象発生のメカニズムを調べるのが主目的となる。 ・試料は一般に極微量。	微量分析(micro-analysis)

(以下次号)

かた～いお話(第2回)

吉川 徹[技術部試験三課 主任]

(2)耐疲労性と硬さ

一般に機械構造用部品は繰り返し荷重を受けることが多く、その寿命も疲労破損によって決められることが多い。疲労強度と硬さとの間には比例関係が成立し、図6に見られるようにロックウェル硬さでHRC45 くらいまでは、鋼質には無関係に硬い物ほど疲労強度は大きい。疲労強度を高めるには、材質よりもむしろ熱処理にポイントをおく、つまり、HRC45 が得られるように熱処理することが大切である。

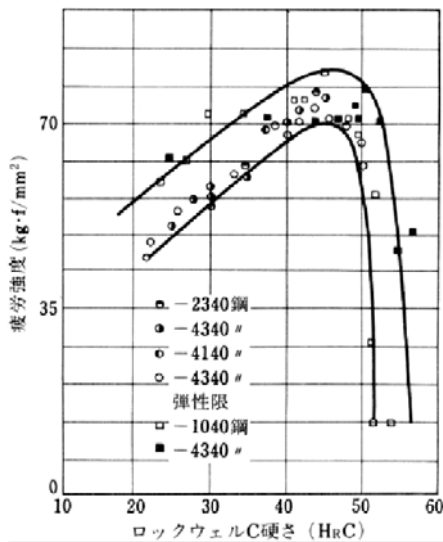


図6 各合金の疲労強度と硬さ

(3)耐衝撃性と硬さ

一般に衝撃値は硬さと相反する性質を持っており、硬ければ脆いというのが常識である。しかし、調質(焼入れ・焼もどし)することにより、素材より硬くても衝撃値を大きくすることができ、図7よりその程度は焼入れの完全な物ほど焼もどしたときの衝撃値が高いことがわかる。以上見てきたように、各特性の判定(熱処理の良否判定)には必ず硬さが登場する。最近では熱処理工場に限らず、一般に材料の受け入れから製品検査まで、品質管理の一手段として広く利用されている。

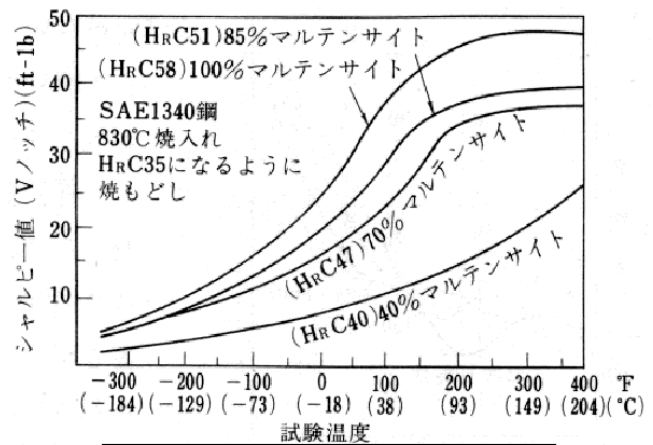


図7 焼入れの完全性と衝撃

5. 事例⁷⁾

硬さと損傷原因との間に、関係がみられる事例を紹介する。

・事例

土壌に埋没した水道配管用SUS403製ボルトが使用後約1年半で破断した。

材料の化学組成は規格を満足しており、硬さはHv:415であった。

図8に破断面状況を示す。割れは孔食部を起点とした典型的な粒界割れであった。

また、図9に高温水中における応力腐食割れ試験結果を材料硬さと鋭敏化程度(6.8% HNO_3 促進腐食液中における粒界腐食深さ、 X_{max} にて評価)の関係を整理したものを示す。Hv>280 で水素脆化割れが生じることがわかる。

以上のことなどから、損傷原因は、おそらくボルトが鋭敏化状態にあったことで、粒界腐食により割れの起点が生じ、その後、高硬度であったので水素脆化割れが生じ破断したものと判断された。

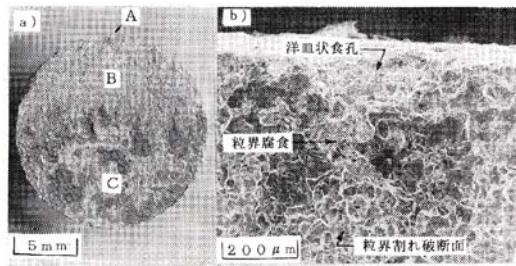


図8 破断したボルトの破断面状況

(a) 破断面全景

(b) 割れ起点部(A地点)の拡大

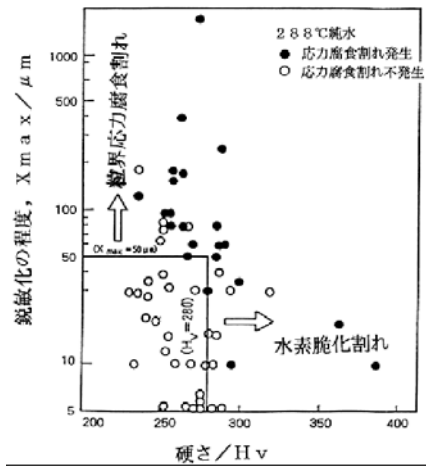


図9 13Cr マルテンサイト系ステンレス鋼の高温水応力腐食割れ性に及ぼす粒界腐食性と材料硬さの影響

6. まとめ

硬さは、その物理的意味が不明で、材料の力学的性質の内容も十分明確に表現していないにも関わらず、試験方法が

- ・操作が簡単である
- ・試験機が安価で入手しやすい
- ・測定が楽でかつ迅速
- ・痕が小さいので製品を傷めない

等の多くの利点を持つため、今後もより一層利用される傾向にあるのは間違いない。

硬さの本源が確かめられ、硬さと他の諸性質との直接的関係がはやく明らかになることが期待される。機械を作る場合、ある程度の耐久性を考えて、機械の構成部分の作用に耐える材料を選択して設計する必要がある。

参考文献・参考資料

- 7) Q&A: Zairyo-to-Kankyo 41,264~266(1992)

プール水の衛生基準

池田寛 (技術部試験一課係長)

1. 遊泳用プールの衛生基準の改正

厚生労働省健康局長より遊泳用プールの衛生基準を改正する通知「遊泳用プールの衛生基準について(健発第774号平成13年7月24日)」

がだされ、水質基準・設備基準・維持管理基準が改正された。

これらの基準は、プール管理者等に対する指導の指針とするため定められたもので、このうち「水質基準」はすべての遊泳用プールを対象とし、「施設基準」「維持管理基準」は100m³以上のプールに適用される。また、100m³未満であっても幼児が多数利用するプールについては配慮が必要とされている。

水質基準・施設基準・維持管理基準等の改正内容は、つぎのとおりで、一部を除き平成14年6月1日から適用される。

①《水質基準》

[濁度]は3度以下から2度以下に、[大腸菌群数]は100mL中の最確数が5を越えないことから不検出に、[一般細菌]は新設され基準値は、200CFU/mL以下に、[総トリハロメタン]は暫定目標値としておおむね0.2mg/L以下が望ましいと定められた。また、遊離残留塩素の測定法からオルト・トリジン法が削除され、DPD法のみとなった。

②《施設基準》

[排水設備]については、排水口等における遊泳者等の吸い込みを防止するための具体的措置が示された。具体的内容は、排水口・循環水取入れ口には堅固な格子鉄蓋や金網を設け、ボルト等で固定させるとともに遊泳者の吸い込みを防止するための金具等を設置することである。また、設置設備の点検をし、必要に応じ交換等の措置を講ずることと規定された。

[浄化施設]については、循環ろ過装置の出口に濁度検査のための採水栓又は測定装置を設けることとし、その場合の基準値は0.5度以下(0.1度以下が望ましい)と定められた。この濁度検査については、平成15年6月1日から適用される。

③《維持管理基準》

[遊離残留塩素濃度の測定]は、毎日2回以上から少なくとも毎日午前中1回以上及び午後2回以上(このうち1回は、遊泳者数のピーク時に測定することが望ましい)に改められた。そのほかの項目の検査頻度は、[水素イオン濃度]・[濁度]・[過マンガン酸カリウム消費量]・[大腸菌群]・[一般細菌]が月1回以上、[総トリハロメタン]が年1回以上と定められた。また、これらの検査を定期的に実施し、汚染負荷量が大きい場合、検査回数を適宜増やすことと定められた。

そのほか、プールの付帯設備である[気泡浴槽・採暖槽等の水]についてレジオネ属菌の測定を行うことも規定され、その場合の基準値は不検出で、検査頻度は、年1回以上とされた。

プール水の水質維持管理のための試料採水地点は、矩形のプールでは、対角線上におけるほぼ等間隔の位置3箇所以上の水面下20cm及び循環ろ過装置の取入口付近が原則とされた。

2. 遊泳用プールの衛生基準の改正に伴う措置

①愛知県プール条例施行規則

厚生労働省における遊泳用プールの衛生基準改正に伴う措置として、「愛知県プール条例施行規則(昭和36年規則第11号)」の中で、「プールの構造設備の基準」、「水質基準」、「プールの水及びオーバーフロー水の管理基準」、「プールの構造設備及び付帯設備の維持及び管理の基準」が改正され、平成14年6月1日から適用された。

改正内容は、先に述べた「遊泳用プールの衛生基準について」とほぼ同じとなっている。

異なる点として、検査項目で、総トリハロメタンの基準が定められていないこと、浄化施設について循環ろ過装置出口の濁度の基準値を0.5度以下であることとし、「遊泳用プールの衛生基準について」で定められていた[0.1度以下が望ましい]が削除されていること等が挙げられる。

②学校環境衛生の基準

文部科学省スポーツ・青少年局長からの通知により「学校環境衛生の基準」も一部が改正され(平成13年8月28日)、水泳プールに関する定期環境検査等の内容が変わり、平成14年6月1日から適用された。

「学校環境衛生の基準」では、すでに一般細菌は検査項目となっており、大腸菌群の基準は「検出されないこと」となっているため、主な改正は、濁度基準値の変更(3度以下から2度以下)、総トリハロメタンの追加(基準値は、0.2mg/L以下が望ましい)、遊離残留塩素濃度の測定法からのオルト・トリジン法の削除である。

3. おわりに

多くの自治体では条例等を制定・施行し、一般細菌が検査項目に追加され、総トリハロメタン・レジオネラ属菌は指導項目として扱う傾向にある。

最後にそれぞれのプール水水質基準を次表に示す。

表 プール水質基準

検査項目	遊泳用プール	学校プール	愛知県プール条例施行規則
	厚生労働省	文部科学省	
水素イオン濃度	5.8以上 8.6以下		
濁度	2度以下		
過マンガン酸カリウム消費量	12 mg/L以下		
遊離残留塩素	0.4 mg/L以上で、1.0 mg/L以下が望ましい		0.4 mg/L以上であること

二酸化塩素(※1)	0.1 mg/L 以上で 0.4 mg/L 以下 亜塩素酸は 1.2 mg/L以下	0.1 mg/L 以上で 0.4 mg/L 以下 亜塩素酸は 1.2 mg/L以下
大腸菌群	検出されないこと	
一般細菌	200 CFU/mL以下	
総トリハロメタン	おおむね 0.2 mg/L以下が望ましい	0.2 mg/L以下が望ましい(※2)

※1: 塩素消毒に代えて二酸化塩素により消毒する場合

※2: 愛知県プール条例運営要綱

参考資料

- ・遊泳用プールの衛生基準について(健発第774号平成13年7月24日)
- ・愛知県プール条例施行規則(昭和36年規則第11号)
- ・学校環境衛生の基準(平成13年8月28日)