

## 鉄鋼分析部会

(Report of the Iron and Steel Analysis Committee)

部会長 池 野 輝 夫\*

部会幹事 福 原 章 男\*\*

### 1. ま え が き

鉄鋼分析部会は昭和 35 年 12 月に日本鉄鋼協会共同研究会（当時は鉄鋼技術共同研究会と呼ばれていた）の中に設置された。当時、機器分析が急速に発達しつつあり、この機器分析を能率よく現場作業に移し、その作業を合理化すること、併せてその裏付けとなる化学分析の作業能率の向上と正確化をはかること、を鉄鋼各社が協力してあたることを目的として設立されたものである。鉄鋼分析部会が発足してから本年 11 月で丁度満 14 年を迎えることになった。たまたま「鉄と鋼」分析特集号が発行されるにあたって当分析部会の活動状況と研究成果をまとめ御参考に供したい。

### 2. 構成と運営

#### 2.1 構成

本部会設立の主目的が機器分析の現場への適用にあつたことから、部会は当時機器分析を実施中の鉄鋼 12 社及び東北大学で構成されていたが、現在は愛知製鋼、川崎製鉄、神戸製鋼、山陽特殊製鋼、新日本製鉄、住友金属工業、大同製鋼、東北特殊鋼、日本金属工業、日本鋼管、日本製鋼、日本特殊鋼、日本冶金工業、日立金属の鉄鋼 15 社、及び東北大学、通産省、日本鉄鋼連盟、日本鉄鋼協会で構成されている。この間、参加会社の増加に加えて新製鉄所の増設もあり委員数は約 70 名に及んでいる。

#### 2.2 運営

当初、鉄鋼分析部会は、

- ① 学振（日本学術振興会製鋼第19委員会第1分科（分析））での研究事項と重複を避けること
- ② 機器分析の研究に重点をおくが、化学分析についても JIS の検討を行なうこと
- ③ 必要に応じて鉄鋼以外の鉄鉱石、フェロアロイ等の分析方法も検討すること
- ④ 単なる研究発表の場としてだけでなく、日常作業で当面する問題を共同して解決すること
- ⑤ 併せて分析技術の向上、分析技術者の教育、養成をはかること

等を運営方針として鉄鋼分析技術の研究を行なつてきた。そして委員相互間の設備公開を原則とし、東京と地方で交互に開催された部会の後、地方では各製鉄所研究所等の分析室の設備、機器、分析の実施状況の見学を同時に行なつてきた。

部会には課題、必要性に応じて分科会又は小委員会において、これらの専門グループに対し、それぞれ特定の技術的問題点の解決を委ねており、現在までの分科会等の設置状況は表 1 の通りである。

さらに昭和 45 年 9 月からは鉄鋼分析部会幹事会が設置され、各分科会主査・幹事がメンバーとなつて部会のあり方、会議の運営方法、分析関連技術分野の研究機関との協力、各分析分野間にまたがる問題の調整、次の研究計画等について協議し、運営の充実に努力している。

### 3. 部会の活動と成果

鉄鋼分析部会が過去 33 回の会議を持ち、22 事業所の分析室を見学し、各事業所の分析関係の組織、要員配置、設備機器の現状を相互に交換すると同時に、各事業所の抱えているサンプリング、試料調製、機器分析の導入・保守・点検、自動化による省力化、分析精度向上、分析時間短縮、及び能率向上まで種々の問題とその解決努力を卒直に報告し合つて、日本鉄鋼業の分析技術の向上に大きく貢献してきた事は評価されなければならない。これは、あらゆる鉄鋼技術の基盤をなすものが分析技術であり、正しい信頼しあえるすぐれた分析技術が各社にあつてこそ、始めて技術の正しい評価や技術の発展が期待できるのであり、日本鉄鋼業の技術のレベルアップに絶対必要なことであるとの信念によるものである。発光分光分析分科会の行なつた日本鉄鋼標準試料（JSS）の評価実験もこのことを示す一つの例である。

分科会、小委員会での研究テーマは通産省工業技術院より委嘱される JIS 原案の作成の外、委員相互の討議により各社共通に持っている問題が、その重要度、影響度に応じて採択され、共同負担、共同受益の原則にしたがつて実験、討議が繰り返され解決されていく。その研究

\* 新日本製鉄(株)製品技術研究所

\*\* 新日本製鉄(株)本社生産管理部

表 1 鉄鋼分析部会の活動状況

部会, 分科会, 小委員会名	発足年月日	終了年月日	歴代部会長, 分科会 主査及び小委員長	会議開 催回数	提出資料数
鉄鋼分析部会	S 35.12. 2	継続中	池上 卓穂 池野 輝夫	33	489
鉄鋼イオウ分析小委員会	S 36. 2.14	S 39. 8.27	小泉 武二	20	240
鉄鋼リン分析小委員会	S 36. 4. 8	S 37. 4.24	故前川 静弥	7	50
鉄鉱石分析分科会	S 36. 4. 8	S 39. 8.26	高野 重徳	27	945
鉄鋼化学分析許容差小委員会	S 36. 9. 6	S 39.10.16	成広 清士	12	
鉄鋼化学分析分科会	S 41. 5.26	S 43. 5.13	武井 格道 神森 大彦	9	336
発光分光分析分科会	S 38. 1.21	継続中	杉山 昇 故岡崎 和 井樋田 睦	23	399
蛍光X線分析分科会	S 38. 4.22	継続中	安田 和夫 川村 和郎	24	323
鋼中非金属介在物分析小委員会	S 39.11.	継続中	故前川 静弥 成田 貴一	35	378
化学分析分科会	S 43. 8.27	継続中	新見 敬古	32	972
鉄鋼いおう分析小委員会 (第2次)	S 49. 2.26	継続中	津金不二夫	1	6

注 鋼中非金属介在物分析小委員会は昭和 45 年 11 月から鋼中非金属介在物分析分科会となった。

成果は部会関係者内のみにとどめず、広く一般の人々にも活用して戴きたいとの気持から、できるだけ「鉄と鋼」に部会報告、分科会報告あるいは委員会報告として発表していく方針をとっている。得られた研究成果は部会の承認のもとに部会法として決定され、またそれが実つて JIS 法に制定されていくが、いずれの場合でも部会是一般の方々の理解と普及のために技術解説書の出版や講習会の開催などで協力すべきであると考えている。

「鉄鋼の工業けい光X線分析方法 (昭和48年5月, 日本鉄鋼協会)」の出版はその一つの例である。

現在、前表に示す通り化学分析分科会、発光分光分析分科会、蛍光X線分析分科会、鋼中非金属介在物分析分科会の4分科会、及び鉄鋼いおう分析小委員会が活動中であるが、これらについては別項に詳細紹介されているのでここでは過去に活躍し、現在は既に解散している分科会又は小委員会の成果についてのみ簡単に紹介する。

#### (1) 鉄鋼イオウ分析小委員会

鉄鋼分析部会発足早々に、JIS 法 (JIS G1215-1958) と ASTM 法 (ASTM-1956) との間でイオウの分析結果が一致せず、JIS 法の場合低値を示すことがあり対外取引上問題となつた事例のあることが指摘された。このため早急に原因を追求し対策をたてるため、昭和 36 年 2 月に本小委員会が設置され種々検討が行なわれた。

前後 20 回にわたる審議と共同実験を行なつた結果、硫酸バリウム重量法において JIS の方法では沈殿洗浄時に硫酸バリウムの一部が溶解するので、ASTM 法のように洗浄ろ液からイオウを回収する必要があることがわかつた。また、燃焼法についても多くの知見が得られたが、もつとも大きな改訂点は、重量法で求めたイオウ分析値既知の類似の鉄鋼標準試料を用いて滴定標準溶液の力価を求めることであつた。これらの成果の一部は直ちに JIS G1215-1963 に採択され、さらににその後の研究成果も含めて 1969 年の JIS 全面改正に反映された。

この結果、新 JIS 法 (G1215-1963) は従来法よりイオウ分析値が 10~20% 高目にできるようになつたので、これにともなつて鋼材規格のイオウ規定値の見直しも行なわれ、とくに影響のあつた鉄鉄及び溶接線材のイオウ規定値が約 15% 高められた。(JIS G2202-1964 及び JIS G3503-1964)。

本小委員会は以上の通り多大の成果をあげ昭和 39 年 8 月解散された。

#### (2) 鉄鋼リン分析小委員会

前記イオウと同様に JIS 法 (JIS G1214-1958) と ASTM 法 (ASTM-1956) との間に差があり、JIS 法の方が高値を示すことが指摘され、この問題解決のため昭和 36 年 4 月に小委員会が設置された。

共同実験の結果、りんモリブデン酸アンモニウム分離容量法において沈殿洗浄操作に原因があることがわかった。また、新しい方法として、硫酸ヒドラジン還元モリブデン青吸光光度法も良好な精度が得られることがわかった。これらを JIS 改訂案として提案し JIS G 1214-1962 として採用された。

本小委員会はその責務を全うして昭和 37 年 4 月に解散された。

### (3) 鉄鉱石分析分科会

鉄鉱石分析分科会は、鉄鋼分析部会が発足すると同時に設置することが決定されている。これは、当時の鉄鉱石分析方法が 1958 年に改訂されて丁度見直し時期にあつたこと、また日本が ISO/TC 102 "Iron Ore" の幹事国をしており、この下部機構の SC2 が鉄鉱石の化学分析方法の検討をすることが予定されており、これにも日本が積極的に案文の提出をすべきであるとの考え方（この実質的な審議は日本鉄鋼連盟 ISO 鉄鉱石委員会分析専門委員会が担当しているから、国内でも鉄鉱石の化学分析方法を精力的に検討する態勢をととのえる必要があつたからである。

この分科会は、八幡製鉄、富士製鉄、日本鋼管、川崎製鉄、住友金属及び神戸製鋼の鉄鋼 6 社で構成され、昭和 36 年 4 月 8 日の第 1 回会合以来、約 4 年間 27 回の会議を持ち昭和 39 年 8 月に解散した。このうち 7 回は日本鉄鋼連盟 ISO 鉄鉱石委員会分析専門委員会と共催した。この間、提出された資料数は 950 件に及んでおり多くの知見が得られた。

まず、当時の JIS 法に対する国内の使用状況、改訂希望や意見の詳細なアンケートを行ない、これをベースに各委員で共同実験を重ね鉄鉱石の分析方法の通則（案）の作成、及び 20 成分（このうち鉛とビスマス分析方法は新規）について改訂方法 14 件、新方法 14 件にわたる JIS 改訂案を作成した。同時に改訂又は制定される各分析方法ごとに共同実験を行ない、当鉄鋼分析部会内の鉄鋼化学分析許容差小委員会の全面的な協力のもとに許容差を求めた。

また、ISO の鉄鉱石分析方法についても前記 ISO 鉄鉱石委員会分析専門委員会に協力し、昭和 38 年 3 月東京で開催された ISO/TC102/SC2（鉄鉱石の化学分析）第 1 回国際会議に日本から提出した 8 成分（T, Fe, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, P, S, Mn, Cu, Cr）の分析方法原案を作成した。さらに、そこで派生した問題の検討実験を行なうと同時に、第 2 回国際会議に日本から提出した 5 成分（CW, FeO, CaO, MgO, TiO<sub>2</sub>）の原案作成に協力した。

### (4) 鉄鋼化学分析許容差小委員会

JIS G 1201-1958 鉄鋼化学分析方法通則の解説に記載されている分析許容差が実情に合わないとの意見が工業標準調査会鉄鋼化学分析専門委員会に出され、その再検討が当鉄鋼分析部会に委託された。このため本小委員会を設置し、昭和 36 年 9 月から昭和 39 年 10 月まで検討を行なつた。

許容差は新たに実験計画法にもとづいて共同実験の結果から算出することにし、先ず許容差決定にともなう用語の定義、許容差の算出方法、許容差の使い方などを通則として決定した。許容差には分析方法自身がつもの、試料の偏析によるものがあるが、実際には両者の合計として取扱われることが多いので、共同実験では含有量の異なつた数種の実用鋼を配布して数事業所で同一操作で独立 2 回の分析を行ない、その結果から試料の偏析を含んだ分析方法の分析精度を求め、信頼度 95・44% (2 $\sigma$  限界) の許容差として算出した。

このようにして求められた鉄鋼及び鉄鉱石の分析方法に関する許容差は、すでにそれぞれの JIS の解説に採択記載されており、その後の分析方法の改訂にあつての検討実験結果の比較データとして、また商取引上の参考データとして利用されている。

### (5) 鉄鋼化学分析分科会

昭和 41 年に、当時の鋼の化学分析方法に関する JIS が 1963 年に制定されてから 3 年経過していたのでこれを見直すことになり、同年 5 月に鉄鋼化学分析分科会が設置された。一方、日本工業標準調査会鉄および鋼化学分析専門委員会によつて、昭和 41 年 6 月に現行 JIS 法の使用状況、正確性、迅速性、経済性及び追加新法、追加元素等に関する詳細なアンケートが実施され現行法の問題点が抽出された。また、工業技術院から日本鉄鋼協会に対して C, Si, Mn 等 5 元素について JIS 改訂原案を作成するよう委託がなされた。そこで、この鉄鋼化学分析分科会は JIS 改訂原案作成委員会をかねて、鉄及び鋼の各成分分析方法の検討を行なつた。

改訂原案の作成にあつては、上記アンケート結果を考慮するのは勿論であるが、さらに次のような点がとくに考慮された。すなわち、ISO/TC17 "Steel"/SC1 "Methods of Chemical and Spectrochemical Analysis" で採用される方法を取り入れること、機器分析が発達してきたので化学分析方法は標準法として正確度と精度の向上をはかり、新しい方法は最小限にとどめること、許容差を決定することなどである。この結果、Mn の定量法に ISO 推奨法となつている過よ素酸酸化吸光光度法が採用されたし、また殆どどの分析方法について許容差

が算出された。

このようにして2年間、9回にわたる分科会によつて鉄及び鋼に関する C, Si, Mn, P, S, Ni, Cr, Mo, Cu, W, V, Co, Ti, Al, As, Sn, B, N, Pb, Mg, Nb·Ta 及び Zr の22元素の各定量方法ならびに通則の JIS 改訂原案が作成された。これらの改訂原案は、JIS G-1211~G1232-1969 及び JIS G1201-1969 として生かされた。

また、同時に Sb, Bi, Se, Te 及び Zn の5元素について鉄鋼分析部会法が作成された。これは、これらの元素を規定した鋼材規格が制定されていないので差しあたり部会法とされたものである。

この分科会は JIS 改訂原案作成委員会の役目をはたし上記の通り23規格の原案作成作業を完了したが、検討元素数に比べて検討期間と各社の共同実験能力に制限があり、なお検討すべき余地が多々残された。このため、この鉄鋼化学分析分科会が昭和43年5月に解散されるとほぼ同時に、あらためて化学分析分科会を設置し長期的討議のもとに時間をかけて検討を続けることになつ

た。(化学分析分科会については別項参照)

#### 4. 結 言

以上、部会及び過去に活躍した分科会、小委員会の活動状況と成果について紹介した。また現在活動中の分科会の成果については別項の通りである。いままでに機器分析装置の導入・改良、分析方法通則の整備、化学分析方法の改善と新法の開発、直読式発光分光分析方法、蛍光X線分析方法及び原子吸光分析方法の確立と JIS 化、非金属介在物分析方法の確立、分析許容差の決定等多くの成果を挙げ鉄鋼業の今日の発展に寄与してきた。しかし、分析技術は日々新たにさるべきものであり国際社会に対応できる為にも、今後とも長期的な視野に立つて新しい課題に取り組み、部会活動を積極的に推進するとともにその成果の活用を図ってきたい。

最後に、鉄鋼分析部会の発足当時から当部会の発展のために尽力下され、既に故人となられた前川静弥、岡崎和の両氏に謹んで哀悼の意を表します。

UDC 543.422

## 化 学 分 析 分 科 会

(Report of the Chemical Analysis Subcommittee)

主 査 新 見 敬 古\*

### 1. 緒 言

日本鉄鋼協会共同研究会鉄鋼分析部会化学分析分科会は、現場における分析上の諸問題点の迅速な解決を計ることを目的として、昭和41年5月26日池上卓穂委員長(八幡製鉄)のもとに発足した。この委員会は昭和43年5月13日の第9回委員会をもつて一応終了した。この分科会の資料の番号は化分 No. と呼称された。これを第1次と考えるならば、その後、第2次として組織替えのうえ、昭和43年8月27日に神森大彦氏(新日本製鉄)を分科会主査として第1回会議が開催された。この分科会の資料の番号は CA No. と呼称された。その後第4回会議で前神森大彦主査から新見敬古主査(住友金属)に受継がれて現在に至っている。それ以降、当分科会は順調に発展し、昭和49年2月26日までに32回の会議が開催された。その間、報告討議された資料数は1000部にもおよんでいる。これらの内容は鉄鋼業における鉄鋼分析、鉄鉱石分析および鉄鋼原材料品の化学分

析方法における問題点の解決ならびに新分析方法の確立に関して長期計画を立て、それに基づいてこの共同研究が取り上げられている。その成果の一部は鉄鉱石の分析方法通則 JISM 8202-1971、鉄鉱石の原子吸光分析方法 JIS M8204-1971、鉄鉱石中の酸化ナトリウムおよび酸化カリウム、コバルト、化合物、全鉄、酸化第一鉄、二酸化けい素、マンガン、りん、いおう、銅、二酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化カルシウム、酸化マグネシウム、ニッケル、クロム、バナジウム、ひ素、すず、亜鉛、鉛およびビスマスの定量方法 JISM 8209~8230-1971、つぎに鉄鋼化学分析としては鋼中のセレン定量方法 JISG 1233-1973 の他に、現在鉄鋼 JIS 化学分析方法全般について改訂のための共同研究が進められている。さらに新しい分析方法として、鉄および鋼の原子吸光分析方法 JIS G 1205-1974 が採用され規格分析方法となつてい

\* 住友金属工業(株)中央技術研究所