

の場合、りん酸を使用する酸法では M_2C 形炭化物が、また 15% くえん酸ナトリウム系溶液による電解法では M_3C 形炭化物がかなり精度よく抽出できる。しかしながら Fe-C 系試料の場合と同様に微細な M_3C 形炭化物が析出している場合には所間差が大きく、分析精度にも若干の問題がある。高压容器用鋼の場合、本実験試料中の炭化物はいずれも比較的大きく、化学的にも安定であり、酸法および電解法のいずれにおいても高い抽出率を示し、所内および所間精度も良好であった。なお、この場合、10% アセチル・アセトン-1% テトラメチル・アンモニウム・クロライド-メタノール溶液による定電位電解法も適用でき、その抽出精度も高いことがわかった。

以上に述べた共同実験結果より推奨しうる鋼中の炭化物の抽出分離定量法をまとめて示すと表 1 のとおりである。なお炭化物の抽出分離定量法には、こんご解決すべきつぎのような問題点が残されている。

- (i) M_3C 形炭化物などのように化学的に不安定な炭化物ならびに微細な炭化物を対象とした抽出分離法の検討
- (ii) 炭化物の抽出率の合理的な判定基準の確立
- (iii) 炭化物の結晶学的形態、大きさおよび析出状態とその分析化学的性質との関連性の解明
- (iv) 所間差の原因の究明とその対策

4. 結 言

以上、当分科会における最近の研究活動の成果についてその概要を述べた。こんご炭化物にひきつづき、本年度より鋼中の窒化物の抽出分離定量法について総合的な検討をおこない、分析化学的ならびに冶金学的な立場よりその適用性を明確にしたい。

なお介在物や析出物の分子種の多様性から考えて、特殊な場合は別として、実用鋼中の介在物や析出物を一つの試料から系統的に分子種別に形態分析をおこなうことはきわめて困難であり、したがって抽出分離法も目的に応じて適宜につかかわけることが必要である。そのためには鋼中の化合物に関する結晶化学的研究ならびに冶金学的研究を強力に推進するとともに、抽出分離法に関する理論体系の確立すなわち物理化学的裏づけをおこなうことが必要であり、これが当分科会に課せられた重要な使命の一つでもあると考えられる。

文 献

- 1) 前川：鉄と鋼，55 (1969)，p. 381
- 2) 鋼中非金属介在物分析小委員会：鉄鋼分析部会提出資料“鋼中のバナジウム炭化物定量法”(1970)
- 3) 神森，田口，小野：日本金属学会誌，32 (1968)，p. 55
- 4) 成田，宮本，松本：鉄と鋼，57 (1971)，p. 68

UDC 531.751 : 543.064 : 669.12

鉄鋼基礎共同研究会個体質量分析部会

(Report of the Solid Mass Spectrometric Analysis Committee)

部会長 須藤 恵美子*

鉄鋼に関する基礎研究を行うためには全ての分野において高純度鉄の使用が多くなり、その製造法、不純物の分析法、また性質の検討などきわめて難しい問題があることから、先に鉄鋼基礎共同研究会に純鉄部会が設立された。その委員会で昭和 44 年 10 月 28 日、個体質量分析の必要性について検討がなされ、同年 12 月 19 日第 1 回個体質量分析懇談会がもたれ、草川純鉄部会長より純鉄部会の活動状況について説明があつた。すなわち電解鉄をゾーンメルトにより精製した高純度鉄の性質の研究を行つているが、そのさい高純度の絶対的純度を知りたいと云う希望が強く出た。当時個体質量分析装置のある、八幡東研、神鋼浅田基礎研、日本電子、日立中研、金村技研のメンバーで 2 回懇談会がもたれた、しかし短

期間でこれらの問題を解決することは困難なことであり、しかもこの方法による定量の確立の必要性、および重要性より、個体質量分析部会とすることに運営委員会で決定し、46年度より必要な研究費が与えられ、実施された。

スパークイオン源質量分析装置は固体試料中に含まれる全元素をほぼ均一にイオン化し、極く微量の試料消費より全元素を高感度に、同時に分析できる特長を持ち、しかも標準試料を必要としないこと、またマトリックスの影響をうけないことから、金属中の微量元素の定性、定量分析に最もよい方法といわれている。しかし定量に関しては精度、正確度の点で問題がある。すなわち定量

* 金属材料技術研究所 理博

性を支配する因子の究明がじゅうぶんなされておらず、装置による相違についての検討など、これらの問題は、一研究所、または一研究者が検討しても解明することは不可能である。そこでこれらの問題点を各方面より検討し、定量性を支配する因子を明らかにし、その対策を検討し、金属中の微量元素を精度よく、より正確に定量する方法を確立する目的で、共同実験を行うこととした。

研究の推進のため、グループ別にし、それぞれ研究を行った。すなわち次に示すように大別し、スパークの条

第1グループ—質量分析器による定量分析の精度、正確度の向上について

第2グループ—鉄鋼中のガス分析

第3グループ—イオンマイクロアナライザーの応用について

件、測定条件、マイクロフォトメーターと解析（手動、自動解析の比較検討）相対感度とマトリックス効果など種々検討を進めている。

運営は鉄鋼基共研の方針にしたがい、委員会は研究推進のため2ヶ月に1回持ち、そのさい共同実験検討のほか関連テーマの講演を行つている。外部発表は或る程度まとまつてから行うこととした。そこで今年2月中間発表をかね、イオンマイクロアナライザー研究会、イオンビームアナリシス研究会の協賛を得、“固体質量分析法の鉄鋼業への応用”と題して、固体質量分析部会のシンポジウムを開催し、2日間、活発な研究討論がなされた。今後更に定量方法の確立のための研究を続け、4年間の成果をまとめる段階である。

UDC 543.05 : 669.1 (083.7)

鉄 鋼 標 準 試 料 委 員 会

(Report of the Committee on Iron and Steel Standard Samples for Analysis)

委員長 池 野 輝 夫*

幹 事 大 槻 孝**

1. ま え が き

鉄鋼標準試料委員会は、日本鉄鋼協会会長に直結して設置されており、学識経験者や官公庁研究機関、鉄鋼大手会社における分析責任者など27名によつて構成されている。その目標とするところは、信頼度が高く、必要性のある数多くの品種の鉄鋼標準試料を適切な価格で提供するための技術的検討を行ない、鉄鋼標準試料を通じて鉄鋼製錬技術の向上に寄与することである。そのため鉄鋼標準試料委員会（以下単に委員会と略す）規程が設けられ、その施行に必要な事項は内規に細かく定められている。実際的にはこの委員会運営をより円滑に行なわせるため在京委員会が開催されており、標準値の決定や各種の実施事項の計画立案などがなされている。以下にこの委員会の活動状況について述べることにする。

2. 日本鉄鋼標準試料の歴史

日本鉄鋼標準試料は、日本標準規格(J E S)鉄および

鋼の分析方法の制定にあたり、昭和の初期に商工省が中心となつて官営八幡製鉄所で製造したのが始まりである。すなわち、昭和8年頃に日本鉄鋼標準試料として第1号から第11号までの製造を行ない、昭和15年頃には第22号まで品種が増加したが、昭和33年まではそのままであつたりその後、昭和34年に鉄鋼標準試料の拡張計画をたて、着々と実行に移し、現在では限定品種†を含めて320種にも及び、鉄鋼専門の標準試料としては世界最大級に発展している。参考までに世界における鉄鋼標準試料の主なものの市販数をTable 1に示す。

(1) 日本鉄鋼標準試料の初期の段階 鉄鋼業の主な工程である製鋼作業では、鋼浴成分を調整して出鋼時の組成を目的とする鋼種の組成と一致させる必要があるが、戦前では、鋼浴から溶鋼を汲み取つて砂型に流し込み、凝固させてこれをハンマーで割つてその破面の色調と光沢から鋼浴中の炭素、けい素およびマンガンの含有率を推定していた。しかしこのような勘に頼る方法にも限度があり、特に高級鋼の製造を始めるにあたり、日本

* 新日本製鉄(株)製品技術研究所 理博

** 新日本製鉄(株)基礎研究所

† 鉄鋼および耐熱合金のけい光X線分析用標準試料シリーズ166種は限定品種であるが、その公共性を考慮してリース制度を設けている。