

鉄鋼標準試料委員会ニュース

No. 31

I 鉄鋼標準試料委員会昭和 49 年度年報

1. まえがき

昭和 48 年に起つた石油ショックにより、昭和 49 年度の日本経済界はのきなみ低成長あるいは後退を強いられることになったが当委員会では関係各位の御尽力により、一応堅実な発展をとげることができた。

当委員会では昭和 48 年度に引きつづき標準試料の整備、拡充に不断の努力を払ってきたが、最も重点をおいていたのは、信頼性が高く、ニーズの多い製品を提供することであつた。以下に昭和 49 年度の活動の成果を要約して報告する。

2. 昭和 49 年度における製造品とその特徴

昭和 49 年度中に標準値あるいは参考値を決定した日本鉄鋼標準試料は、つぎの機器分析用 4 シリーズ、化学分析用 1 シリーズ及び化学分析用 10 品種であつた。

- (1) 製鋼用銑鉄 (JSS 102-2)
- (2) 鋳物用銑鉄 (JSS 110-4)
- (3) 同 上 (JSS 111-6)
- (4) いおう分析専用鋼 (JSS 240-6)
- (5) 同 上 (JSS 241-4)
- (6) 普通鋼 (JSS 430-8)
- (7) 同 上 (JSS 460-6)
- (8) フェロマンガ ン (JSS 701-2)
- (9) マンガン 鉱石 (JSS 860-1)*
- (10) クロム 鉱石 (JSS 870-1)*
- (11) 微量元素シリーズ B (化学分析用)
(JSS 168-2~175-2)*
- (12) 検量線シリーズ A (機器分析用)
(JSS 150-5~155-5)
- (13) 標準化試料シリーズ(同上)
(JSS 162-2~167-2)
- (14) ステンレス鋼シリーズ(同上)
(JSS 650-5~655-5)
- (15) 微量元素シリーズ B (同上)
(JSS 168-1~175-1)*

上記品種のうち*印のあるものは新製品でその主な特徴はつぎの通りである。

<マンガン 鉱石、クロム 鉱石>

この 2 種の 鉱石は 48 年のはじめにはすでに標準値は決定してあつたが、粒度分布、成分偏析、鉱物質の同定などの試験を行ない、日本鉄鋼標準試料としての高い信頼性を持たせてから頒布した。

<微量元素シリーズ>

昭和 48 年度、49 年度の当委員会の重点課題である鉄鋼標準試料の拡充、整備の強化を目的として計画された微量元素シリーズ B は、Ni, Cr, Mo, As, Sn, Ti, Ca を段階的に含有する 4 種と V, Co, Al, B, Zr, Nb, Sb を段階的に含む 4 種の計 8 種から構成されており、化学分析用と機器分析用がある。とくに Ca, Sb については国内で標準値が決定されることがなく、我国で最初に標準値が決められた標準試料といふことができる。製造方

法は電解鉄をベースとして真空溶解し、欠陥、偏析の無いことを確認した良好部分を素材として試料を作製している。なお本シリーズの成分範囲を満足する NBS 標準試料、BAS 標準試料を選定し同様な条件で分析した結果と比較しても優れた精度をもつことを確認している。

3. 標準試料の拡充

昭和 49 年度に更新した試料、及び新銘柄試料は上記の通りであるが、それら以外に日本鉄鋼標準試料を充実させるべく製造に着手しているものに“微量元素シリーズ C”“ローブリバー鉄 鉱石”“いおう快削鋼”“高炭素フェロクロム”“サベージリバーペレット”“タイ国産ホタル石”などがある。微量元素シリーズ C は Ce, Bi, Zn, Te を微量 6 段階に含有させたシリーズである。

これら以外に計画中のものとして、

- (1) いおう定量用一次標準試料 (非売品)
- (2) 炭素定量専用鋼
- (3) 純鉄標準試料
- (4) 炭素、いおう同時定量専用鋼
- (5) ガス分析管理試料の更新と管理

などがある。

4. 分析成績表や細則の改定について

当委員会では信頼性の高い鉄鋼標準試料を調製するための規定集を定めているが、分析作業標準と事務手続きを一部改定し一層信頼性の高い試料を供給できるようにした。また日本鉄鋼標準試料分析成績表の改訂を検討し見やすく、かつ具体的な説明を付記するようにした。主な改訂点は

- (1) 標準試料番号に“JSS”をつける。
- (2) 素材の提供所、調製所、調製粒度などを明記する。
- (3) 参考値は細字か () で示す。
- (4) 適用した分析法はできるだけ詳細に英文で記載するなどである。

5. けい光 X 線分析用標準試料の貸し出し

昭和 48 年度にけい光 X 線分析試料を 10 セット製造し頒布したが、本試料は「JISG 1256-1973 鉄および鋼のけい光 X 線分析方法」中に含まれている吸収補正係数 (d_j) および (l_j) を求める上に是非必要な標準試料で、Fe 基二元合金 85 種 Fe 基三元合金 81 種類、計 166 種類がセットになっている。このように非常に種類が多く製造、調製に莫大な経費と労力がかかるため、再度製造することは困難視されている。したがって広く一般の方々にも使用していただけるよう 3 セットは賃貸することにした。

6. 共同研究会化学分析分科会との連携

標準試料と化学分析とは切離せない密接な関係がありその意味で共同研究会鉄鋼分析部会化学分析分科会との連携を深くし、充分検討する必要がある。

今年度もたとえば微量元素シリーズ C の分析方法を確認する際、Ce および Te についてはオーソライズされた定量方法がないため、化学分析分科会へ試料を提供し定量方法の検討を依頼した。また逆に化学分析分科会

おう分析小委員会からの要請で、いおう分析専用鋼 2 種計 8 本を無償で分譲した。このように当委員会と化学分析分科会はお互いに情報を交換しあい連繫を保ちつつやってくる必要があり、今後も望ましい関係をつづけていくことにしている。

7. 頒布価格の改訂の検討

まえがきにも述べたように昭和 49 年度も一応堅実な発展をとげることができたが社会情勢からみて全面的な頒布価格の再検討もやむを得なくなつた。しかしできるだけユーザーの皆様に御迷惑のかからぬよう 49 年度は価格を据え置き適用時期は一律に昭和 50 年 3 月 1 日からとし、かつ在庫品については据え置き、倉庫管理費、梱包費、その他諸経費は別の努力でカバーすることにした。

8. 鉄鋼標準試料委員会ニュース

ユーザー各位へ情報を提供するために鉄鋼標準試料委員会ニュースを“鉄と鋼”誌に掲載しているが今年度は以下のニュース、技術解説を提供した。

- (1) 世界における鉄鋼標準試料について
(vol. 60 No. 2, No. 3, No. 4)
- (2) 化学分析用鉄鉱石シリーズ新銘柄の品質について
(vol. 60, No. 7)
- (3) 検量線専用鋼シリーズ A について
(“ No. 8)
- (4) 肌焼鋼シリーズ A について (“ No. 10)
- (5) 高速度鋼標準試料について (“ No. 12)
- (6) ステンレス鋼機器分析用標準試料の抜取試験結果
(vol. 60, No. 14)
- (7) りんおよびいおう分析専用鋼の解析
(vol. 61, No. 1)

9. その他

以上の他に在庫切れをなくするための努力やガス分析管理試料の経年変化調査など標準値の信頼性向上のための種々の検討をしている。

10. 委員会開催状況

- 1) 49/I 在京委員会
開催日 昭和 49 年 3 月 22 日
出席者 11 名
資料提出件数 15 件
- 2) 49/II 在京委員会
開催日 昭和 49 年 5 月 17 日
出席者 9 名
資料提出件数 12 件
- 3) 第 45 回鉄鋼標準試料委員会
開催日 昭和 49 年 6 月 5 日
出席者 16 名
資料提出件数 11 件
- 4) 49/III 在京委員会
開催日 昭和 49 年 7 月 26 日
出席者 13 名
資料提出件数 9 件
- 5) 49/IV 在京委員会
開催日 昭和 49 年 10 月 7 日
出席者 10 名
資料提出件数 11 件

- 6) 49/V 在京委員会
開催日 昭和 49 年 11 月 27 日
出席者 9 名
資料提出件数 12 件
- 7) 第 46 回鉄鋼標準試料委員会
開催日 昭和 49 年 12 月 16 日
出席者 22 名
資料提出件数 11 件
- 8) 49/VI 在京委員会
開催日 昭和 50 年 2 月 10 日
出席者 11 名
資料提出件数 6 件

II 技術解説

化学分析用鉄鉱石標準試料の粒度構成について

現在使用されている鉄鉱石標準試料 8 種類、ロンピン赤鉄鉱 (JSS-800-2)、インド赤鉄鉱 (JSS 801-2)、ハマスレー赤鉄鉱 (JSS 803-1)、茂山磁鉄鉱 (JSS 812-1)、アルガロボ赤磁鉄 (JSS 813-1)、フィリッピン砂鉄 (JSS 830-2)、マルコナペレット (JSS 850-2) および焼結鉄 (JSS 851-1) の粒度構成について既報のものも含めてここにまとめて報告する。

1. 粒度構成

試料 100 g (1 びん) を 149 μ (100 mesh) ~ 44 μ (325 mesh) の標準ふるいを通してふるいわけた。その結果を図 1 ~ 図 8 に示す。

これらの図から、ロンピン赤鉄鉱、インド赤鉄鉱、フィリッピン砂鉄およびマルコナペレットは -105 μ であり、ISO 法で推奨しようとしている分析試料粒度に合致していることが判明した。一方、ハマスレー赤鉄鉱、茂山磁鉄鉱、アルガロボ赤磁鉄および焼結鉄は、JIS 法の 146 μ 以下に殆んど合致している。

2. 粒度別分析結果

前記ふるいわけした試料を、粒度別に T.Fe, SiO₂ の含有率について定量した結果を図 9 ~ 図 16 に示す。

ロンピン赤鉄鉱は、粒度が小になるほど T.Fe 含有率は低値を示し、SiO₂ 含有率は、反対に粒度小になるほど高値を示す傾向が見られる。T.Fe の各粒度区分間の含有率差は 1% 以下であり、SiO₂ のそれは 0.1% 以下であつた。

インド赤鉄鉱については、T.Fe 含有率において 74 ~ 61 μ の粒度区分で最大値を示し、61 ~ 44 μ および -44 μ では差は認められなかつた。SiO₂ 含有率においては、粒度区分間で殆んど差は認められなかつた。T.Fe の各粒度区分間の含有率差は 0.5% 以下であり、SiO₂ においては 0.1% 以下であつた。

ハマスレー赤鉄鉱は、粒子の大きさに比例して T.Fe 含有率が高くなり、反対に SiO₂ 含有率が低くなつた。両成分とも粒度区分間の含有率差は 3% 以下であつた。なお粒度構成はやや正規分布していることから、各粒度間の含有率差から生ずる分析誤差は少ないものと判断される。

茂山磁鉄鉱は、T.Fe 含有率において粒度が小になる程高値を示し、反対に SiO₂ 含有率は低値を示した。さらに両成分の各粒度区分間の含有率差は 3% 以下であつた。

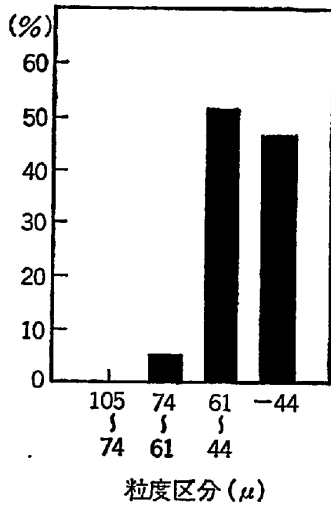


図1 ロンピン赤鉄鉱の粒度構成

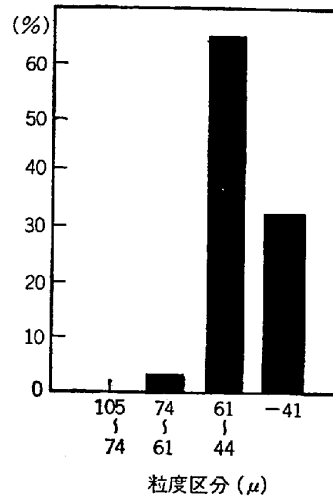


図2 インド赤鉄鉱の粒度構成

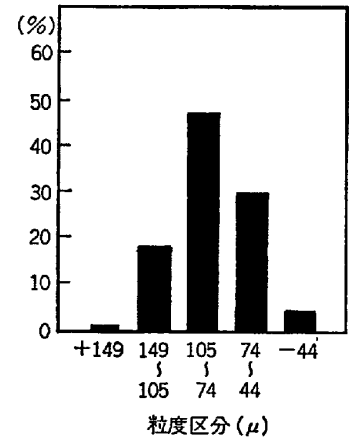


図3 ハマスレー赤鉄鉱の粒度構成

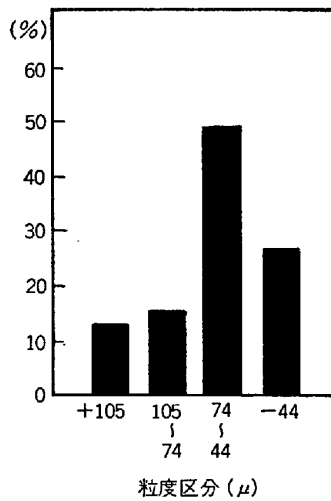


図4 茂山磁鉄鉱の粒度構成

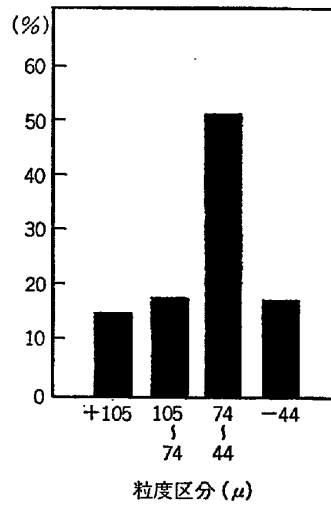


図5 アルガロボ磁鉄鉱の粒度構成

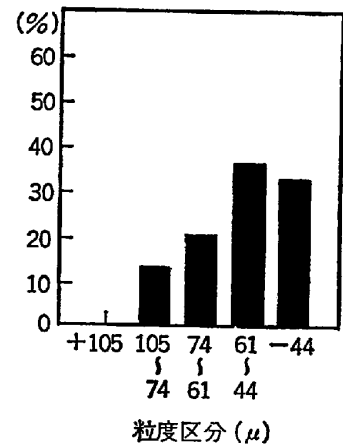


図6 フィリッピン砂鉄の粒度構成

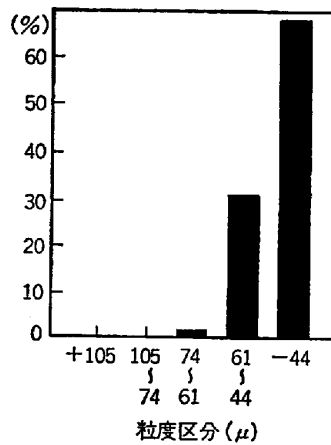


図7 マルコナペレットの粒度構成

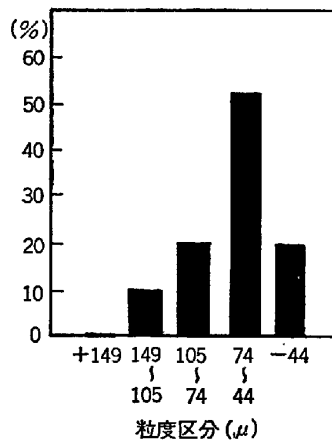


図8 焼結鉄の粒度構成

た。

アルガロポ赤鉄鉱は、粒子の大きさに比例して T.Fe 含有率は高値を示し、SiO₂ 含有率は 74~44μ で最も高値を示した。両成分の各粒度区分間の含有率差は 3% 以下であつた。

フィリッピン砂鉄については、T.Fe 含有率は粒度の大きさにやや比例傾向が見られ、粒度が大きいと高値を示し、SiO₂ 含有率はこの逆の傾向であつた。さらに両成分の各粒度区分間の含有率差は 1% 以下であつた。

マルコナペレットは、粒子の大きさにやや比例して T.Fe 含有率が高くなり、反対に SiO₂ 含有率が低値を示した。さらに両成分の各粒度区分間の含有率差は 1%

以下であつた。

焼結鉱は、両成分共粒度区分間の含有率差は 1% 以下であり粒度構成上からの分析誤差は、少ないものと判断される。

以上の結果から一般に赤鉄鉱系は粒度の大きな部分に T.Fe 含有率が高く、SiO₂ 含有率が低い、特にこの現象は SiO₂ 含有率が 5% 以上のものに激しく、鉱物組成上粉碎され易い SiO₂ を含むことを意味している。これに反して磁鉄鉱系は、粒度の大きな部分に T.Fe 含有率が低く、SiO₂ 含有率が高い。これは鉱物組成上粉碎されにくい SiO₂ (例えば α-Quartz) を含むものと考えられる。赤鉄鉱は両者の性質を結合したような傾向を示して

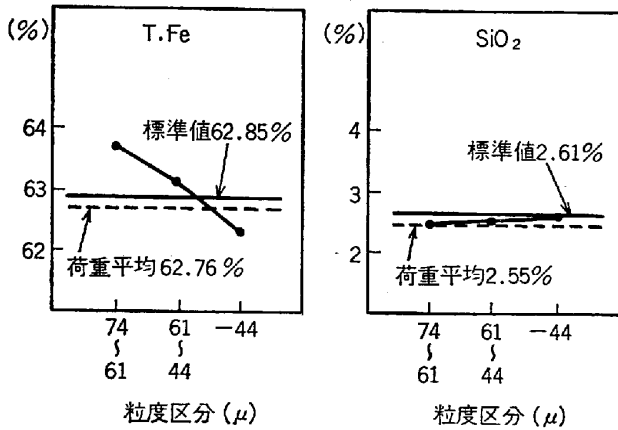


図9 ロンビン赤鉄鉱の粒度別分析結果

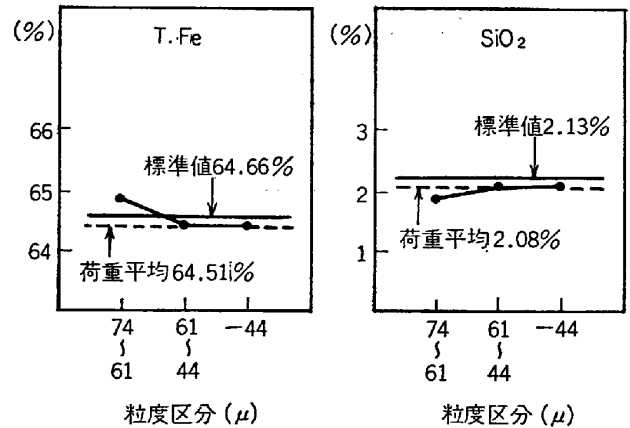


図10 インド赤鉄鉱の粒度別分析結果

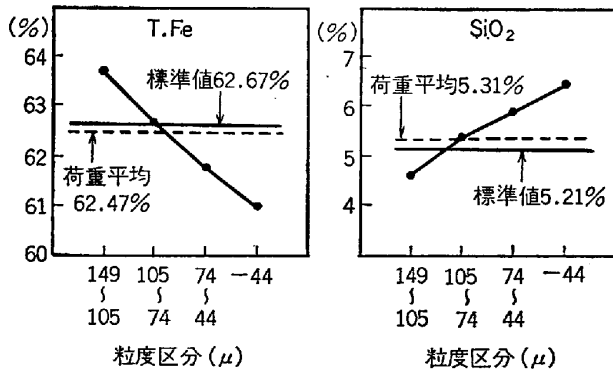


図11 ハマスレー赤鉄鉱の粒度別分析結果

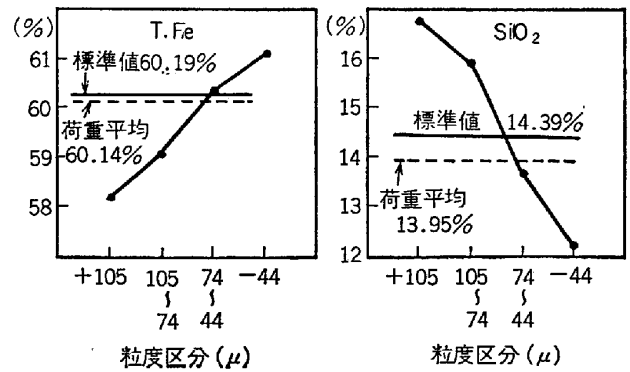


図12 茂山磁鉄鉱の粒度別分析結果

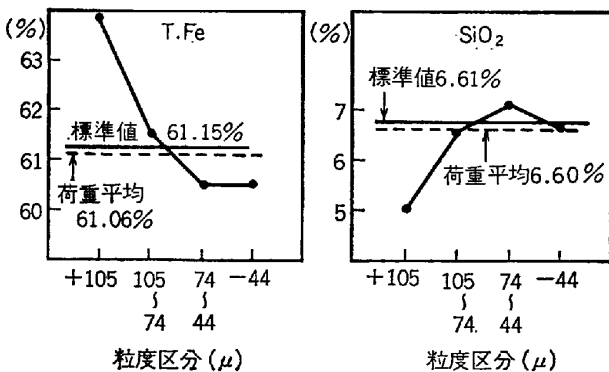


図13 アルガロポ赤鉄鉱の粒度別分析結果

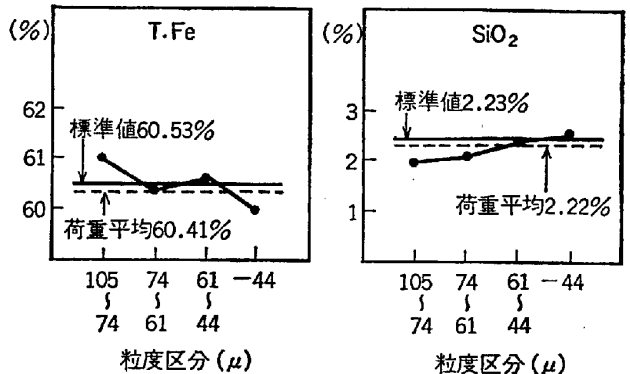
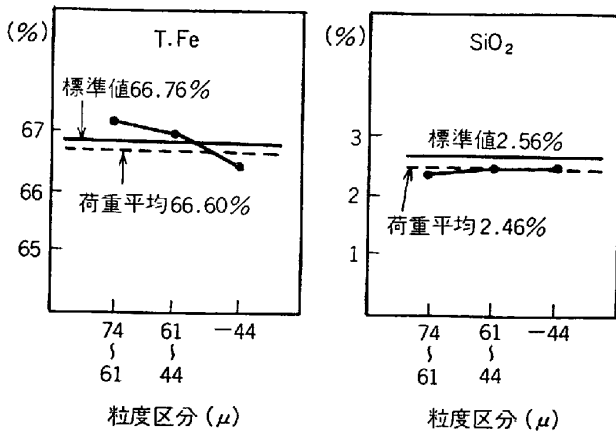


図14 フィリッピン砂鉄の粒度別分析結果



15 図マルコナペレットの粒度別分析結果

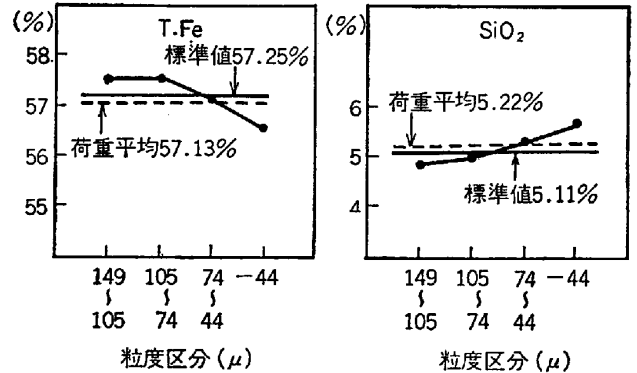


図16 焼結鉄の粒度別分析結果

いる。また一般に人工的に加工したペレットや焼結鉄は粒度区分間に成分の偏析の少ない。

鉄鉱石試料を分析するさいはこれらの性質を熟知した上で試料のはかりとりをする必要がある。すなわち、粒度間で T.Fe の偏析の大きい銘柄の試料をとり扱う場合

は、できるだけインクリメント数を大きくして規定はかりとり重量にする必要がある。

なお JSS 800-1 (ロンピン), 801-1 (インド), 830-1 (フィリッピン), 850-1 (マルコナペレット) を使用するさいは表 1 に示すように標準値を訂正されたい。

表 1 標準値の訂正

JSS No.	成分	旧データ		新データ*			差 (新-旧)	標準値 (%)
		標準値	$\sigma \bar{x}$	平均値	$\sigma \bar{x}$	R		
800-1 ロ ン ピ ン	CW	4.45	0.304	4.496	0.102	0.058	+0.05	4.50
	T.Fe	62.92	0.127	62.849	0.118	0.072	-0.07	62.85
	Al ₂ O ₃	2.01	0.051	2.009	0.039	0.026	±0.	2.01
	CaO	0.05	0.026	0.024	0.008	0.003	-0.03	0.02
	MgO	0.25	0.023	0.215	0.006	0.011	-0.03	0.22
	V			0.006	0.0008	0.0005		0.006
801-1 イ ン ド	CW	2.47	0.131	2.464	0.065	0.037	-0.01	2.46
	T.Fe	64.63	0.082	64.658	0.071	0.080	+0.03	64.66
	Al ₂ O ₃	2.57	0.065	2.595	0.044	0.055	+0.03	2.60
	CaO	0.06	0.021	0.030	0.009	0.002	-0.03	0.03
	MgO	0.05	0.024	0.024	0.005	0.004	-0.03	0.02
	V			0.008	0.0008	0.0008		0.008
830-1 フ ビ ン リ 砂 鉄	T.Fe	60.63	0.170	60.529	0.140	0.061	-0.10	60.53
	Al ₂ O ₃	2.86	0.174	2.736	0.082	0.058	-0.12	2.74
	CaO	0.70	0.072	0.664	0.042	0.033	-0.04	0.66
	MgO	2.17	0.077	2.175	0.087	0.030	+0.01	2.18
	V			0.309	0.012	0.010		0.31
850-1 マ ベ ル レ コ ッ ナ ト	T.Fe	66.83	0.133	66.757	0.088	0.065	-0.07	66.76
	Al ₂ O ₃	0.55	0.047	0.481	0.022	0.008	-0.07	0.48
	CaO	0.39	0.072	0.367	0.019	0.008	-0.02	0.37
	MgO	0.77	0.051	0.727	0.019	0.015	-0.04	0.73
	V			0.050	0.0023	0.0024		0.050

* 1971 年版の JIS 法による定量値