

~~~~~  
**日本鉄鋼標準試料委員会ニュース**  
 ~~~~~

〔新製品〕 ほう素定量専用鋼シリーズについて

1. まえがき

既にほう素定量用シリーズとして市販されている日本鉄鋼標準試料（例えば微量元素シリーズB JSS 172~175）は、すべてニオブを共存しているため、ニオブを含まない試料のほう素定量用標準試料として使用することは、定量操作を異にすることから不適当とされてきた。今回製造した『ほう素定量専用鋼シリーズ』は、ほう素含有率のみを変化させ、他の特殊な合金成分を含有させていないシリーズ（4本/組）で、鋼中ほう素の定量精度を向上させるに最適な標準試料である。

なお、このシリーズの素材の製造は、住友金属工業(株)に依頼した。

2. 製造

2.1 鋼片の製造

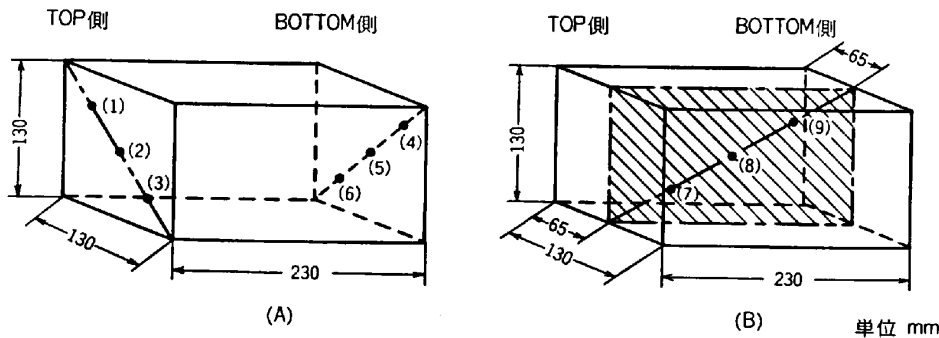
真空溶解炉で電解鉄をベースとして、それぞれ表1に示すような目標成分を含有する鋼 150 kg を溶解して製造し分湯して 50 kg ずつの鋼塊3本を作り、そのうちの2本について Top, Bottom 側を切断除去して角鋼片を切り出し、素材とした。

表 1 素材の化学成分

JSS 番号	標準値		共存成分					
	B	C	Si	Mn	P	S	Al	N
361-1	0.0009	0.09	0.18	0.28	0.002	0.002	0.031	0.0012
362-1	0.0018	0.09	0.18	0.28	0.002	0.002	0.032	0.0014
363-1	0.0027	0.09	0.18	0.27	0.002	0.002	0.031	0.0014
364-1	0.0045	0.09	0.17	0.28	0.002	0.002	0.023	0.0012

2.2 素材のほう素偏析調査

角鋼片2本のそれぞれの Top 側及び Bottom 側の C 断面から（図1, (A)の各位置）穿削により分析試料を採取し、更にその角鋼片を縦割りし、L 断面から（図1, (B)の各位置）からも分析試料を採取した。これらの分析試料について高周波誘導プラズマ（ICP）発光分光分析法によってほう素を定量し、素材の偏析状況を調査した。その結果を図2に示した。この結果から、ほう素の偏析を問題にする必要のない素材であることがわかった。



(1), (2), ……………, (9) : 分析試料採取位置.

図 1 偏析調査試料採取位置

2.3 びん内及びびん間のほう素含有率のばらつき調査

前記で得られた素材を、鉄鋼標準試料委員会規程内規・細則2調製作業標準に従って、(株)日本サンプルプラントで化学分析用試料を調製した。試料の粒度は 250~1000 μ である。各びんには 150 g のチップ試料が入っている。

チップ試料のびん詰め時に、全体の 1/4, 2/4, 3/4 の 3 時期に 4 本ずつ計 12 本のびんを抽出してびん間のばらつきを調査した。更に各びんからは 2 個ずつ試料をはかり取ってびん内のばらつきを調査した。その結果を図3に示した。

3. 標準値の決定

鉄鋼標準試料委員会規程内規・細則7に従って 10 分析所（東北大学金属材料研究所、科学技術庁金属材料技術研究所、新日本製鉄(株)室蘭製鉄所及び堺製鉄所、日本鋼管(株)技術研究所、川崎製鉄(株)技術研究所、住友金属工業(株)中央技術研究所、(株)神戸製鋼所中央研究所、(株)日本製鋼所室蘭製作所、日本冶金工業(株)川崎製造所）で、おのおの独立2回分析した結果を解析し（表2）、標準値を決定した。

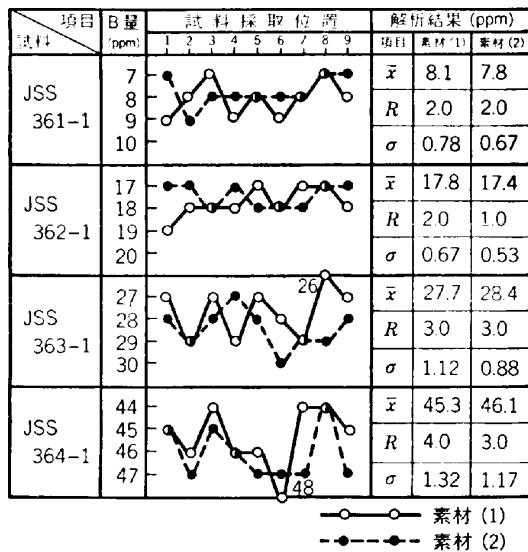


図 2 素材のほう素偏析調査結果
 σ : 鋼片内のばらつき

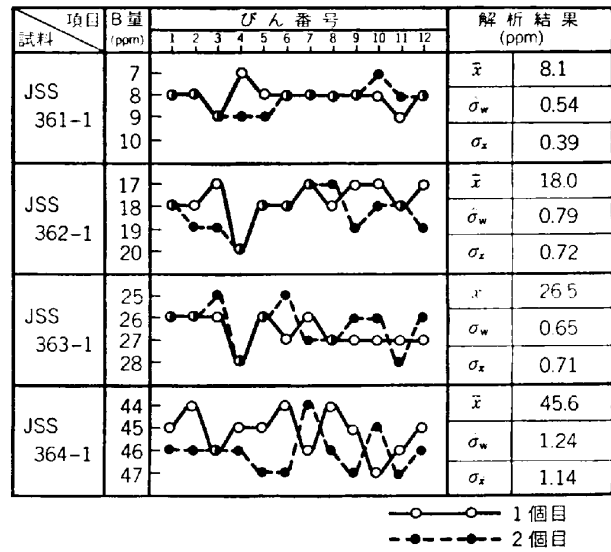


図 3 びん内、びん間のばらつき
 $\hat{\sigma}_w$: びん内ばらつき, σ_x : びん間ばらつき

各所が採用した定量方法は、次の3方法であるが、そのうち高周波プラズマトーチ発光分光分析法による値は解析から除外した。

- (1) メチレン青吸光光度法 (JIS G 1227-1980)..... 5所
- (2) 蒸留分離クルクミン吸光光度法 (同上) 4所
- (3) 高周波プラズマトーチ発光分光分析法..... 1所

4. 標準試料の評価

4.1 析出物の調査

電子線回折法で析出物を同定した結果、主に $M_{23}C_6$ 形のもので、わずかに BN も認められた。なお、これらの析出物は光学顕微鏡及び電子顕微鏡で観察した結果、ほぼ均一に分散していた。チップ試料を JIS G 1227-1980 に規定されている蒸留分離クルクミン吸光光度法の試料分解条件 (塩酸と硝酸で加熱分解後、硫酸とりん酸で処理し、硫酸白煙発生) で分解した残さを回収し、その中のほう素を定量した結果、0.0001% 以下の極微量であつた。

4.2 他の市販標準試料との比較

JSS の他のシリーズ (微量元素シリーズ A 及び B, BCS (4種), BAM (1種), NBS (1種) と比較するため同一条件で分析して比較した結果を図 4 に示した。この図からもわかるように、今回製造したほう素定量専用鋼シリーズは B 50 ppm 以下の極量域において高精度の分析結果が得られる。

5. おわりに

以上述べたように、このシリーズはほう素含有率 50ppm 以下の領域において高精度な分析結果が期待できる標準試料で、酸不溶性ほう素含有率も低く、取り扱いが容易である。

表 2 ほう素標準値と解析結果

JSS 番号	B標準値	解析結果			CV
		\bar{x}	$\hat{\sigma}_w$	σ_x	
361-1	0.0009	0.00088	0.00006	0.00011	12.2
362-1	0.0018	0.00181	0.00008	0.00007	3.9
363-1	0.0027	0.00271	0.00009	0.00014	5.1
364-1	0.0045	0.00450	0.00014	0.00026	5.8

$\hat{\sigma}_w$: 室内精度 ($n=2$), $\sigma_x = \sqrt{\sigma_0^2 + \sigma_w^2/2}$: 室間精度

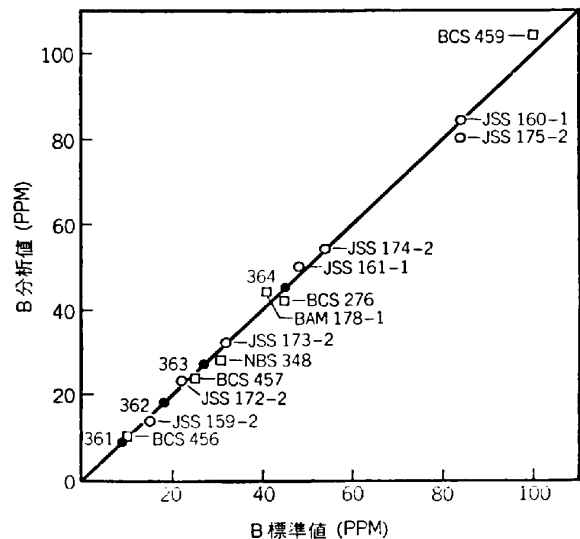


図 4 各種標準試料の B 分析例

改革要綱を可決、新執行部選出

—日本学術会議第 86 回総会報告—

緊迫した雰囲気のもとで、第 86 回総会は、57年10月20, 21, 22日の3日間にわたり開催された。第 12 期開始とともに発足した日本学術会議改革委員会は、精力的な活動を続けてきた。前総会で改革試案が採択されるや、直に会員、有権者、学会・協会、学識経験者などの討議に付され、それらをまとめた改革要綱案が、今総会に提出された。活発な審議に基づく若干の修正のうち、独立して職務を果たす国の機関としての現学術会議の基本的性格を保持し、その役割の一層の発展を目指す改革要綱案は圧倒的多数の賛成のもとに要望・声明などとともに可決された。

その後、伏見会長、岡倉・塚田両副会長は、採択された要綱をもって政府との交渉に入るにあたって、これまでの経緯を拭い、執行部の陣容を一新して当たることが必要であるとの判断を示し、辞意を表明した。会員は事態の厳しさを改めて認識するとともにその辞任を諒承し、決意を新たに直ちに新執行部を選出、久保亮五(第4部)会長、安藤良雄(第3部)、八十島義之助(第5部)、両副会長が決定された。

なお改革要綱案策定と並んで、学術会議が本来、日本の学術の進展のために常時果たすべき多くの仕事が各種委員会の活動として続けられており、それらは口頭もしくは文書報告として173件に及んで紹介された。

会長挨拶及び諸報告(第1日)

学術会議関係物故者に黙とうを捧げたのち、伏見会長は挨拶の中で、学術会議をめぐる状況にふれるとともに、改革の遂行、さらには日本の学術の振興のための一層の奮起を会員に要請した。諸報告にうつり、まず岡倉副会長から、会長の諮問組織として設置された「日本学術会議改革問題懇談会」(座長、永井道雄氏)の答申が報告され、この答申の内容は今回審議される改革要綱案に十分盛り込まれているとの判断が示された。続いて、1983年度我が国で開催される国際会議、特定研究領域決定の経緯、科学技術振興のための機構試案、教科書検定問題への見解(学問・思想の自由委員会見解)表明などを含む各種委員会の報告紹介がなされた。

改革要綱案審議(第2・3日)

審議に先立って、伏見会長は提案採択後に予測される事態を説明し、総理府において進められている学術会議の改革検討に、どの程度本会議の理念が取り入れられるか懸念を述べた。そして重大な事態が起こった場合には、臨時総会を開いて学術会議としての意志を固めねばならないこと、また今期総会において改革要綱策定への会員の結束した努力を再び要請した。

つづいて要綱案各項目毎の逐次審議に入り、

I. 「改革の基本的前提」として、(1) 独特な性格の国の機関であること、(2) 政府から独立して職務を行う国の機関であること、(3) 日本の科学者の内外に対する代表機関であること、(4) 公選制を基盤とする重層構造制を備えていること、(5) 組織・運営上総合性を有していること、(6) 実質上、科学者の自主的組織として機能していることなど6点の内容

II. 「改革の重点」として、職務の明確化、会員のあり方、会員選挙は直接選挙を原則とするが定数のおよそ1/3については推薦制(コオプション制を加味する)を導入、任期3年通算4選禁止、部制・専門別制、内部諸機関の組織運営、研究連絡委員会、国際交流、予算・事務局、科学者との結びつきの強化、他の学術関係機関等との関係など10項目にわたる内容について審議採択した。

さらに要綱採択に付随して、要綱の基本的方向の尊重と細目についての連絡・協議を求めるとの政府に対する要望「日本学術会議の改革について」、科学者、学会・協会をはじめ、政府、国会などの一層の理解と協力を求める声明「日本学術会議改革要綱の決定にさいして」、及び今後外部との対応を含む諸措置及び実施方について、運営審議会に授権するための申し合せ「日本学術会議改革要綱の実現をめざす諸措置について」を採択した。

なお、現行法の枠内で直ちに実施可能な、科学者・研究者と一層の緊密化を図るための内規「学協会との連絡のための登録について」の一部改正を承認した。

新会長の決意表明

久保新会長は就任に当たって、「会員や全国の科学者の支援で、将来の日本のために、憂いのないよう、学術会議を改革するため、精一杯尽したい。」と述べ、会員、科学者の協力を要請した。(日本学術会議広報委員会)