

## 高炉スラグ中硫黄化合物の形態別分析方法

論文

小野 昭紘\*・黒木 弘\*<sup>2</sup>・安達 晃\*<sup>3</sup>

## Chemical State Analysis of Sulfur in Blast-furnace Slags

Akihiro ONO, Hiroshi KUROKI and Akira ADACHI

## Synopsis :

A new method for chemical state analysis of sulfur in blast-furnace slags has been developed. The outline of the procedure is as follows. A slag sample was powdered with a neutral solution containing zinc acetate for 10 min in a disk mill in order to prepare a suspension of fine slag particles without air oxidation. The suspension was filtered and then the zinc sulfide on the filter was dissolved with acetic acid and standard iodine solution. Then, excess iodine was titrated with standard thiosulfate solution to determine the amount of sulfide (MS). Formalin and acetic acid were added to the filtrate of the suspension and then it was titrated with standard iodine solution to determine the amount of thiosulfate ( $MS_2O_3$ ). The filtrate was heated after the addition of hydrochloric acid and zinc, and then the amount of sulfate ( $MSO_4$ ) was determined by a barium sulfate gravimetric method.

This proposed method was successfully applied to the determination of states of sulfur in slags. The coefficients of variations of MS(0.49% S),  $MS_2O_3$ (0.092% S) and  $MSO_4$ (0.072% S) were 1.54%, 2.63%, and 3.82%, respectively. The sum total of the sulfur occurring in various states, (S, MS,  $MS_2O_3$ ,  $MSO_4$ ) in blast-furnace slags, as determined by this proposed method, agreed well with the total sulfur content obtained by the conventional combustion-iodometric method.

## 1. 緒 言

高炉スラグ中に存在する硫化物態, チオ硫酸態, 硫酸態など各種形態の硫黄化合物の形態別分析方法について検討した。

一般に高炉スラグ中の硫黄分析は, 熱分解-よう素酸カリウム滴定法<sup>1)</sup>や鉄鋼中の硫黄の定量に用いられる燃焼-よう素酸カリウム滴定法<sup>2)</sup>を応用し, 助燃剤に純鉄を用いた方法による全硫黄の定量が行われており, 形態別分析の試みは少ない。ポルトランドセメントの JIS 分析法<sup>3)</sup>には, 硫化水素発生-よう素酸カリウム滴定法による硫化物態硫黄および硫酸バリウム重量法による硫酸態硫黄の定量法が規定されており, 高炉スラグにも準用できるとしている。しかし, 高炉スラグ中の硫化物態硫黄は不安定で, この方法によると試料の粉碎処理過程における化学変化などが原因で良好な分析精度が得られなかった。また, 著者らは高炉スラグ中の単体硫黄の *n*-ヘキサン抽出吸光光度法<sup>4)</sup>について, 越田ら<sup>5)</sup>は, 二硫化炭素抽出燃焼法による単体硫黄および硫黄の蒸発を利用した蒸発燃焼法によるチオ硫酸態硫黄の間接定量法につ

いて報告している。

著者らは高炉スラグ中の硫黄化合物のなかで特に不安定な硫化物態硫黄の精度のよい分析方法について検討した。その結果, 酢酸亜鉛溶液を用いてスラグ試料を湿式粉碎すると同時に硫化物態硫黄を溶出させ, 硫化亜鉛としてただちに固定し, 次による素滴定を行う方法を開発した。また, 同一粉碎液からチオ硫酸態硫黄および硫酸態硫黄を容量法および重量法でそれぞれを分析する方法を確立した。単体硫黄については前記方法<sup>4)</sup>で別に求め, 高炉スラグ中の硫黄化合物の形態別分析を行い, エージング処理過程における硫黄化合物の形態変化について調査した。また, 確立した分析方法について定量精度を求め, 十分実用できる方法であることを確認したので報告する。

## 2. 実験方法

## 2.1 実験方法

開発した高炉スラグ中硫黄化合物の形態別分析方法のアウトラインを Fig. 1 に示した。本分析法の開発にあつては, 次に示すおのおの方法を基本に分析諸条件

昭和 53 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 59 年 12 月 19 日受付 (Received Dec. 19, 1984)

\* 新日本製鉄(株)分析研究センター 理博 (Analysis Research Lab., Nippon Steel Corp., 1618 Ida Nakahara-ku Kawasaki 211)

\*<sup>2</sup> 新日本製鉄(株)君津製鉄所 (Kimitsu Works, Nippon Steel Corp.)

\*<sup>3</sup> 新日本製鉄(株)広畑製鉄所 (現: (株)姫路環境技術センター) (Hirohata Works, Nippon Steel Corp., Now Himeji Environmental Technology Co., Ltd.)

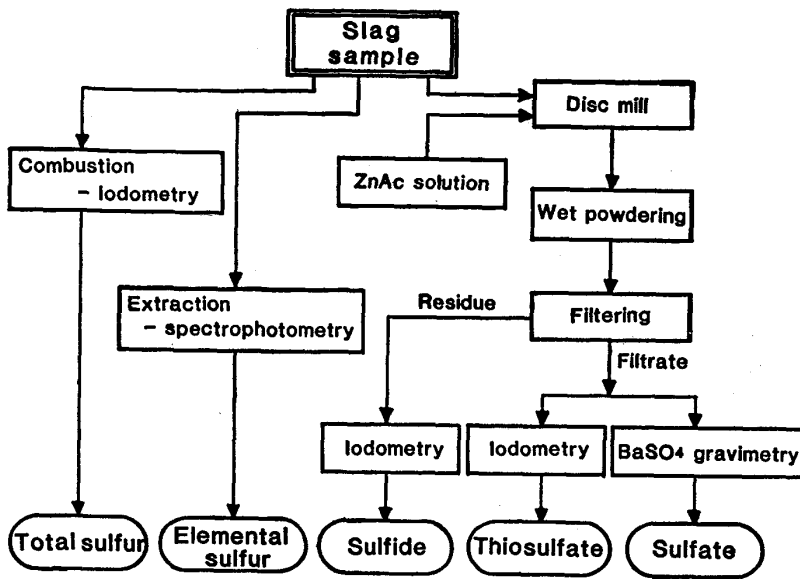


Fig. 1. Outline of analytical methods for sulfur compounds in slag.

について検討した。

#### (1) 試料の粉碎処理

スラグ試料を酢酸亜鉛溶液とともにディスクミルで粉碎し、微粉碎懸濁液を調製した。

#### (2) 硫化物態硫黄の定量

微粉碎懸濁液をろ過して、残さ中に硫化亜鉛として固定される硫化物態硫黄をよう素滴定法によつて定量した。

#### (3) チオ硫酸態硫黄および硫酸態硫黄の定量

チオ硫酸態硫黄は、微粉碎懸濁液のろ液をよう素滴定法により、硫酸態硫黄は硫酸バリウム重量法によつて定量した。

なお、全硫黄は鉄鋼中硫黄の定量に用いられる燃焼-よう素酸カリウム滴定法<sup>2)</sup>で助燃剤に純鉄を用いた方法により、単体硫黄は *n*-ヘキサン抽出吸光光度法<sup>4)</sup>によつて求めた。

### 2.2 試薬

(1) 湿式粉碎用溶液 (以下粉碎用溶液とする): 酢酸亜鉛 ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 100 g および酢酸アンモニウム 200 g を水で溶解して 1 l とした。

(2) N/40 よう素酸カリウム標準溶液: 標準試薬よう素酸カリウム 0.8918 g をはかり取り、水酸化ナトリウム溶液 (10 W/V%) 1~2 ml を加え、水で溶解して正確に 1 l とした。

(3) N/40 チオ硫酸ナトリウム標準溶液: 結晶チオ硫酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 6.21 g をはかり取り、無水炭酸ナトリウム 0.2 g を加え、水で溶解して全量を 1 l とした。この溶液の標定は、N/40 よう素酸カリウム標準溶液を用いて行つた。

Table 1. Chemical composition of slag samples (%).

Sample name	S	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	TiO <sub>2</sub>	FeO	MnO
Slag A	1.25	32.5	14.8	42.5	6.5	1.0	0.6	0.7
Slag B	0.82	33.8	14.2	40.8	7.7	1.1	0.5	0.6
Slag C	0.71	34.1	12.8	40.6	6.8	1.3	0.7	0.7

(4) N/40 よう素標準溶液: よう素 3.2 g およびよう化カリウム 30 g をはかり取り、水で溶解して全量を 1 l とした。この溶液の標定は、N/40 チオ硫酸ナトリウム標準溶液を用いて行つた。

(5) でんぷん溶液: 可溶性でんぷん 2 g を水約 20 ml でかきまぜ、これを約 100 ml の沸とう水浴中に加えた。冷却して水で約 200 ml にうすめた。この溶液は原則として使用のつど調製した。

### 2.3 装置

(1) ディスクミル: 川崎重工製 T-100 型、粉碎容器 (100 cm<sup>3</sup>, ディスク形状, クロムスチール製) を偏心回転 (振幅約 11 mm, 1000 rpm) して粉碎する方式のもの。約 1~3 mm の石英ガラス 10 g を約 10 s で 200 メッシュ以下に粉碎できる。

### 2.4 試料

Table 1 に示す徐冷高炉スラグを用いた。粉碎時の空気酸化を極力防止し、均一な試料を得るために次のような試料調製方法を採用した。

採取した冷塊スラグ (150 mmφ 程度のもの) を約 10 mmφ に粗粉碎して風乾し、次に鉄乳鉢を用いて約 2~3 mmφ 以下に粉碎した。窒素ガス流通下で約 2 h 乾燥したのち、2.00 および 1.19 mm の標準篩を用い、この粒度範囲に篩分調整し、窒素ガス雰囲気中に保管した。

### 3. 実験結果

#### 3.1 試料粉碎方法

高炉スラグ中の硫黄化合物は非常に変化しやすい。そこで、スラグ試料中の硫黄化合物をそれらの形態を変化させずに溶液中に溶出させる方法について検討した。特に空気酸化を受けやすい硫化物態硫黄の溶出について各種方法を試みた。その結果、酢酸亜鉛を含む中性溶液を用いてスラグ試料を湿式粉碎し、各形態の硫黄化合物を溶液中に溶出させると同時に硫化物態硫黄を硫化亜鉛として固定する方法を新たに発見した。高炉スラグ中の硫黄化合物は、CaS など Ca 化合物が主成分であり、MnS や FeS などを主成分とする転炉スラグについては検討していない。

##### 3.1.1 試料粉碎条件の検討

(1) 粉碎用溶液組成 試料を粉碎する溶液は、粉碎して溶出した各形態の硫黄化合物イオンが化学変化を起こさない条件にする必要がある。酸性下では、硫化物イオンやチオ硫酸イオンは分解して硫化水素や単体硫黄を生成する。一方アルカリ性下では、硫化物イオンと単体硫黄が反応して多硫化物イオンやチオ硫酸イオンを生成する。しかし、pH 6~8 の範囲では上記各反応は起こりにくい。また、スラグ溶出液は通常 pH 10~11 の強アルカリ性を示す。そこで、粉碎用溶液は pH 7 前後の中性とし、かつ pH の変化が起こらないように緩衝剤として酢酸アンモニウムを加えた組成とした。

(2) 粉碎時間 粉碎したスラグ試料中の硫黄化合物は、化学反応によつて溶解するのではなく、単なる溶解度を利用して粉碎用溶液中に溶出させる。従つて、スラグ粒が微細粒子になるように粉碎する必要がある。そこで、各硫黄化合物の定量値に与える湿式粉碎時間の影響について調べた。

スラグ試料 C を用い、湿式粉碎時間を変え、3.2~3.4 の定量操作に従つて硫化物態、チオ硫酸態および硫酸態硫黄をそれぞれ定量した。結果を Fig. 2 に示した。

Fig. 2 の結果によれば、7 min 以上の粉碎で各定量値が一定になることがわかつた。10 min 以上の粉碎でスラグ試料は十分に微粉碎され、粉碎されると同時に各形態の硫黄化合物は粉碎用溶液中に溶出し、硫化物イオンについては酸化反応を受けることなくただちに硫化亜鉛を形成しているものと思われる。

(3) 粉碎後の放置時間 湿式粉碎によつて得られた懸濁状の粉碎試料溶液中の硫黄化合物イオンは経時変化を起こすおそれがあるので、湿式粉碎後の放置時間を段階的に変えて硫化物態硫黄の定量を行った。

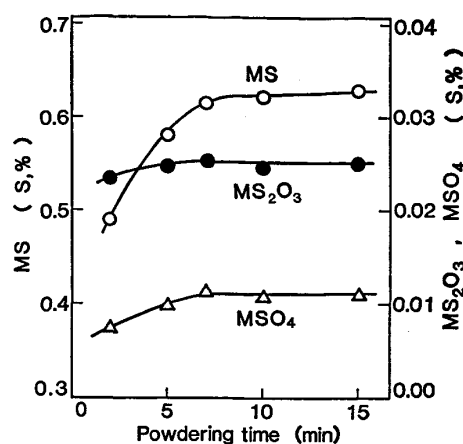


Fig. 2. Effect of wet powdering time of slag sample on determination of sulfide, thiosulfate and sulfate.

粉碎直後から 24 h 後までの硫化物態硫黄の定量値はほぼ安定していたが、それより長く放置した場合は徐々に低値を示した。従つて、試料粉碎後は 24 h 以内に定量にかかる必要があることがわかつた。

##### 3.1.2 試料粉碎操作

確立した試料粉碎操作は次のとおりである。

(1) 試料 5.00 g をディスクミルに入れ、粉碎用溶液 20 ml を加えて 10 min 粉碎を行う。

(2) 粉碎終了後、ディスクミル中の内容物を磁製や樹脂製のバットに水で洗い移す。

(3) 永久磁石を用いて粉碎試料溶液中の金属鉄を除去したのち、500 ml のメスフラスコに洗い移し、水で標線までうすめる。

#### 3.2 硫化物態硫黄定量方法

##### 3.2.1 硫化物態硫黄定量条件の検討

(1) 粉碎試料溶液の加熱時間 ディスクミルによるスラグの粉碎試料溶液から各形態の硫黄化合物を定量する場合に、事前に加熱処理をしないで行うと微粉碎粒子のろ紙からのもれや目づまりが起こるなどろ過性が悪く、またよう素-でんぷんによる終点が判定しにくくなるなどの問題があつた。そこで、各硫黄化合物の定量に加熱時間の影響がないかどうか加熱沸とう時間を段階的に変えて検討した。その結果、硫化物態、チオ硫酸態および硫酸態硫黄ともに加熱して 10 min 煮沸を続けた場合でも定量値は安定しており、加熱による影響は認められなかつた。

(2) 硫化亜鉛の酸化時間 硫化亜鉛をよう素溶液で酸化する時間について検討した。すなわち、一定量のよう素標準溶液と水を加えて、ろ別した沈殿とろ紙とを三角フラスコ中で破砕してからの酸化時間を段階的に変え

て定量値に対する影響を調べた。その結果、酸化時間は 10 min が適当であり、8 min よりも短い場合は低値を示した。

### 3.2.2 硫化物態硫黄定量操作

確立した硫化物態硫黄の定量操作は次のとおりである。

(1) 3.1.2 で調製した試料粉碎溶液を激しくふりまぜ、懸濁物を均一に分散させた状態で手早く 50 ml を正確に三角フラスコ (300 ml) 中に分取する。

(2) 加熱して沸とうしたならば熱源よりおろす。ろ紙 (5 種 A) を用いて沈殿物をろ過し、水で三角フラスコを 2 回、ろ紙上を 4 回洗浄する。ろ液および洗液はビーカー (300 ml) に受けて保存し、チオ硫酸態硫黄の定量に供する。

(3) 元のフラスコに水 50 ml、酢酸 5 ml を加え、更に N/40 よう素標準溶液を正確に 25 ml 加える。このフラスコ中にろ紙上沈殿物をろ紙とともに入れる。ゴム栓をし、激しくふりまぜてろ紙を砕いたのち 10 min 放置する。

(4) ギュム栓を水で洗浄してとり除き、N/40 チオ硫酸ナトリウム標準溶液で滴定する。溶液が淡黄色になれば、指示薬としてでんぷん溶液を 1~2 ml 加え、引き続いて滴定し、溶液の青紫色が消失した点を終点とする。

(5) 次の式から試料中の硫化物態硫黄の含有率を算出する。

硫化物態硫黄 (%) =

$$\frac{V_1 \times (v_1 \times f_1 - v_2 \times f_2)}{W \times V_2} \times 0.0401$$

$W$ : 試料はかりとり量 (g)

$V_1$ : 試料粉碎溶液の調製全液量 (ml)

$V_2$ : 試料粉碎溶液の分取量 (ml)

$v_1$ : N/40 よう素標準溶液の添加量 (ml)

$f_1$ : N/40 よう素標準溶液の N/40 に対する力価

$v_2$ : N/40 チオ硫酸ナトリウム標準溶液の消費量 (ml)

$f_2$ : N/40 チオ硫酸ナトリウム標準溶液の N/40 に対する力価

### 3.3 チオ硫酸態硫黄定量方法

#### 3.3.1 チオ硫酸態硫黄定量条件の検討

(1) 亜硫酸イオンの隠ぺい スラグ中の亜硫酸塩の存在は確認できていないが、存在する場合を考え、ホルマリンを添加して亜硫酸イオンを隠ぺいすることにした。

(2) 滴定温度 溶液温度が高い場合、よう素でんぷん反応が鈍くなるので試料溶液は 40°C 以下に冷却して

滴定を行うことにした。

#### 3.3.2 チオ硫酸態硫黄定量操作

確立したチオ硫酸態硫黄の定量操作は次のとおりである。

(1) 3.2.2(2) で得られたろ洗液を冷却して液温を 40°C 以下にする。ホルマリンの 10 倍希釈液 10 ml、酢酸 (1+2) 5 ml およびでんぷん溶液 1~2 ml を加える。

(2) N/40 よう素標準溶液を用いて滴定し、溶液が青紫色を呈した点を終点とする。

(3) 次の式から試料中のチオ硫酸態硫黄の含有率を算出する。

$$\text{チオ硫酸態硫黄 (\%)} = \frac{V_1 \times (v_1 \times f_1)}{W \times V_2} \times 0.1603$$

$W$ : 試料はかりとり量 (g)

$V_1$ : 試料粉碎溶液の調製全液量 (ml)

$V_2$ : 試料粉碎溶液の分取量 (ml)

$v_1$ : N/40 よう素標準溶液の消費量 (ml)

$f_1$ : N/40 よう素標準溶液の N/40 に対する力価

### 3.4 硫酸態硫黄定量方法

#### 3.4.1 硫酸態硫黄定量条件の検討

(1) 共存硫黄化合物の除去 チオ硫酸態硫黄などが共存すると高値を示す恐れがあるので、あらかじめ塩酸および亜鉛を加えて加熱し、揮散除去することにした。

#### 3.4.2 硫酸態硫黄定量操作

確立した硫酸態硫黄の定量操作は次のとおりである。

(1) 3.1.2 で調製した試料粉碎溶液を激しくふりまぜ、懸濁物を均一に分散させた状態で約 250 ml を乾燥ろ紙 (5 種 A) でろ過する。

(2) ろ液 100 ml を正確にビーカー (300 ml) に分取し、亜鉛約 1 g を加え、溶液をふりまぜながら塩酸 10 ml を少量ずつ添加する。なるべく低温の加熱板上で加熱し、液量が約 50 ml になるまで加熱を続ける。

(3) ろ紙 (5 種 C) を用いて残さをろ別し、温水で数回洗浄し、ろ洗液をビーカー (300 ml) に受ける。ろ洗液に水を加えて約 200 ml にし、加熱したのち攪拌しながら塩化バリウム溶液 (10 W/V%) 10 ml を徐々に加える。

(4) 一週間放置したのち、ろ紙 (5 種 C) を用いて沈殿物をろ過し、温水で洗液中に塩素イオンがなくなるまで洗浄する。沈殿物はろ紙とともに白金るつぼに移し入れ、加熱して乾燥したのち約 800°C で約 20 min 強熱して恒量とし、デシケーター内で室温まで放冷して、硫酸バリウムとしての重量を測定する。

(5) 次の式から試料中の硫酸態硫黄の含有率を算出

する。

$$\text{硫酸態硫黄(\%)} = \frac{V_1 \times w}{W \times V_2} \times 13.74$$

- W: 試料はかりとり量 (g)
- V<sub>1</sub>: 試料粉碎溶液の調製全液量 (ml)
- V<sub>2</sub>: 試料粉碎溶液の分取量 (ml)
- w: 硫酸バリウムの重量 (g)

### 3.5 その他の硫黄化合物の定量

上記各硫黄化合物以外に、スラグ中には量的には少ないと思われるものの亜硫酸態およびポリチオン酸態硫黄の存在の可能性が考えられる。しかし、これらには適当な定量方法が考えられないので、試料粉碎溶液を臭素で酸化して硫酸バリウム重量法により求めた全形態硫黄の定量値から、別に求めた硫化物態、チオ硫酸態および硫酸態硫黄の含量を差し引いて検討した。その結果、両者にはほとんど差が認められず、スラグ中には亜硫酸態およびポリチオン酸態などの硫黄はほとんど存在せず、例え存在していても極少量であると考えられた。

### 3.6 実際試料への適用

#### 3.6.1 高炉スラグ中硫黄化合物の定量結果

開発した分析方法により、高炉スラグ3種類を対象に各形態の硫黄化合物の定量を行った。定量結果を Table 2 に示した。各試料とも硫化物態、チオ硫酸態、硫酸態および単体の各硫黄化合物の合計は、燃焼-容量分析法による全硫黄の定量値とほぼ一致した。

#### 3.6.2 各硫黄化合物の定量精度

Table 2. Analytical results of blast-furnace slags. (S%)

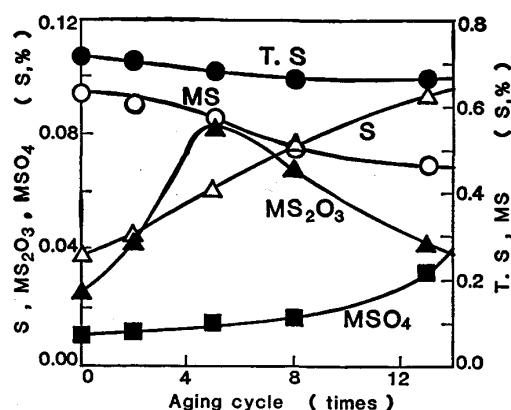
Sample name	T.S*	ΣS**	MS***	MS <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ***	MSO <sub>4</sub> ***	S****
Slag A	1.25	1.236	1.16	0.049	0.017	0.010
Slag B	0.82	0.814	0.49	0.092	0.072	0.160
Slag C	0.71	0.694	0.62	0.025	0.011	0.038

- \* T.S: Total content of sulfur
- \*\* ΣS: Sum of contents of sulfur compounds (S, MS, MS<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MSO<sub>4</sub>)
- \*\*\* M: Metallic ion, e.g. Ca
- \*\*\*\* S: Elemental sulfur

Table 3. Reproducibility of analytical results of slag sample B by proposed method.

Run	T.S	ΣS	MS	MS <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MSO <sub>4</sub>	S
1	0.82	0.806	0.48	0.094	0.072	0.160
2	0.83	0.828	0.50	0.088	0.076	0.164
3	0.82	0.814	0.49	0.090	0.072	0.162
4	0.80	0.808	0.49	0.092	0.074	0.152
5	0.83	0.823	0.50	0.090	0.068	0.165
6	0.80	0.809	0.49	0.095	0.068	0.156
7	0.81	0.806	0.48	0.092	0.072	0.162
8	0.82	0.805	0.49	0.094	0.073	0.158
$\bar{x}$	0.82	0.812	0.49	0.092	0.072	0.158
$\sigma_{n-1}$	0.012	0.009	0.008	0.0024	0.0027	0.0044
C.V.*	1.46	1.07	1.54	2.63	3.82	2.73

\*C.V.: Coefficient of variation



moistening (20°C×2h) and dryness (70°C×40min)

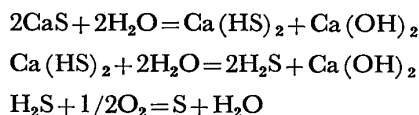
Fig. 3. Dependence of amounts of sulfur compounds in slag sample on number of aging cycle.

スラグ試料Bを対象に独立8回繰り返して定量したときの各形態の硫黄化合物の定量精度を求めた。測定結果を Table 3 に示した。各形態の硫黄化合物の定量精度(C.V.)は、1.5~3.8%の範囲に入り、良好な精度で定量できることを確認した。

#### 3.6.3 各硫黄化合物の形態変化

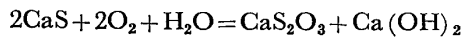
本分析法の適用例として、人工的にエージング処理した高炉スラグ中の各硫黄化合物の形態変化について調べた。すなわち、1~2mmに粒度調整したスラグ試料C 5.00gを時計皿上に平坦にひろげ、超音波加湿器で純水を10min噴霧して加湿し、飽和食塩水をはつて湿度100%にしたデシケーター中に2h放置した。次に乾燥器中に移して70°Cで40min乾燥後、再び加湿を繰り返す。この加湿・乾燥の繰り返しによる人工的なエージング処理過程におけるスラグ試料中の各形態の硫黄化合物量を開発した本分析法によつて定量した。

結果を Fig. 3 に示した。この結果によれば、高炉スラグ中の硫黄化合物はエージング処理によつてその形態を変化させることがわかった。エージング処理によつて硫化物態硫黄は徐々に減少し、単体硫黄、チオ硫酸態硫黄および硫酸態硫黄が増加する。単体硫黄の生成は、次式で示すようにスラグ中のCaSが空気酸化を受けて単体硫黄を遊離するためと考えられる。



チオ硫酸態硫黄の生成は、一般的に次式のように硫化物態硫黄の空気酸化が考えられるが、加湿時に生成する硫化物イオンが単体硫黄と反応して多硫化物イオンを生成し、これが空気酸化を容易に受けてチオ硫酸イオンに変化するので、これらの反応もチオ硫酸態硫黄の生成に関

与していると考えられる。



硫酸態硫黄の生成は、チオ硫酸態硫黄などが空気酸化を受けて最終的に硫酸態硫黄を形成するものと考えられる。これらの酸化反応については、加湿処理時に硫化物イオンの溶出が進み空気酸化を受けやすくなり、また加湿状態のスラグ粒表面に空気中の炭酸ガスが吸収され、pH の低下などによつて上記反応が進みやすくなるものと考えられる。

#### 4. 結 言

高炉スラグ中の硫化物態、チオ硫酸態および硫酸態硫黄の形態別分析方法を開発した。

本法は、高炉スラグ試料を酢酸亜鉛溶液とともにディスクミルで湿式粉碎し、各形態の硫黄化合物を溶出さ

せ、空気酸化を受けやすく不安定な硫化物態硫黄は、溶出と同時に硫化亜鉛として固定し、各形態の硫黄化合物をよう素滴定法あるいは重量法で定量することを特徴とする。

本法によれば、高炉スラグ中の硫化物態硫黄 (0.49%)、チオ硫酸態硫黄 (0.092%)、硫酸態硫黄 (0.072%) をそれぞれ変動係数 (C. V.) 1.54%、2.63%、3.82% の精度で定量でき、十分実用できる方法であることを確認した。

#### 文 献

- 1) JIS M 8217 (1983)
- 2) JIS G 1215 (1982)
- 3) JIS R 5202 (1981)
- 4) 小野昭紘, 山口直治: 鉄と鋼, 70 (1984), p. 1377
- 5) 越田孝久, 小笠原武司, 畑 俊彦: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 443