

© 1991 ISIJ

委員会報告

日本鉄鋼協会 ISO 鉄鋼部会 SC 1 (分析)
分科会

幹事 大 槻 孝*

Report of ISO/TC 17 (Steel) /SC 1 (Methods of Determination of
Chemical Composition)

Takashi OTSUKI

1. ま え が き

ISO とは、国際標準化機構の略称であり、その中央事務局をスイスのジュネーブに置いて電気関係以外の国際規格の作成と管理をすることを目的として 1947 年から活動している団体である。1990 年 1 月現在における会員国数は 87 を数え、これまでに作成した国際規格の数は累計で約 7 500 件に上っている。この活動は専門分野別に分かれ、鋼関係は TC 17 (第 17 専門委員会) が担当してその幹事国を日本が引き受けている。その中の分科委員会の一つとして SC 1 (第一分科委員会) があり、そこでは TC 25 (鋳鉄) からの要請も受け入れ鉄鋼中の化学成分の定量方法の原案を作成している。この SC 1 の幹事国もまた日本が引き受けて 1980 年から活動している。

手探りで始めた ISO に関する国際的活動も 10 年経過した現在では、もっとも頼りになる幹事国にまで成長して高い評価を受けるに至っている。

2. SC 1 幹事国の推移

ISO/TC 17/SC 1 は、1960 年以前は TC 17/WG 6 として TC 17 の直属ワーキンググループ (WG と省略する) として活動していた。SC 1 としての活動は、1961 年にイタリアが幹事国業務を引き受けたときから始まる。その後、イタリアは、1974 年の末まで 14 年間幹事国業務を受け持ち、その間国際会議を 7 回開催して SC 1 の基礎を築いた。そのイタリアはただ長い期間幹事国をつとめながら発行した国際規格は 1 件のみであった。

その後、TC 17 幹事国 (当時、英国) の働きかけでアイルランドが SC 1 幹事国を引き受けたが 1976 年に第 8 回国際会議を開催しただけで辞退した。

この空席となった SC 1 幹事国の再割当てが新 TC 17

幹事国 (1979 年から日本) の急務であった。日本国内の関係部門は、前向きにこの問題に取り組み、その結論として工業技術院の委託で 1980 年 7 月 1 日に ISO/TC 17/SC 1 事務局を (社) 日本鉄鋼協会内に開設した。

3. 新 SC 1 幹事国としての日本

初代の SC 1 Secretary には、小田照巳氏 (住友金属工業 (株) から派遣) が就任し、同年 9 月から国際的活動を開始した。

この幹事国業務は、運営及び財政面では鉄鋼各社の技術担当重役級で構成する ISO/TC 17/SC 1 事務局運営委員会 (現在では、鉄鋼 ISO 運営委員会と改称)、技術面では鉄鋼主要 6 社の分析専門家で構成する SC 1 諮問分科会 (現在では、SC 1 諮問部会と改称) の支援を受けている。

経済大国日本の幹事国としての実力を世界に示すためにも、2 年以内に国際会議を日本で開催すべきであるとの見解のもとにその準備にとりかかった。

しかし、前幹事国からの引継書類はほとんどなく、また、約 4 年間の活動停止によって SC 1 内部の状態は不明な点ばかりであった。とにかく、関係主要国を訪問して得られた資料などを基にして SC 1 の現状報告書や今後の活動計画案を作成し、これらを持参してまた欧米の関係国を訪問して問題点を抽出するとともに東京会議開催の根回しを行った。この結果、従来の方法では活動の成果が得られないので SC 1 独自の活動指針 (後述) を作って、それに基づいて活動を推進することにした。

東京会議 (第 9 回国際会議) は前述の運営委員会の中に実行委員会などが設置されて、会議の運営や行事予定について用意万端が整えられて昭和 57 年 5 月 24 日から 5 日間、経団連会館で開催された。

平成 3 年 3 月 28 日受付 (Received Mar. 28, 1991)

* (社) 日本鉄鋼協会 ISO 事務局 (ISO Division, The Iron and Steel Institute of Japan, 2-7-1 Otemachi Chiyoda-ku, Tokyo 100)

Key words : descriptors : International standards (ISO) : steel : iron : chemical analysis.

この会議の議長は、これまでの前例にならってホスト国の代表として当時の SC 1 分科会主査であった川村和郎氏（新日本製鉄(株)）が選出された。この会議への出席国数 8、人数 25 は、過去 8 回の国際会議の中では最低に近い数字であったが、これまでの開催地がすべてヨーロッパ内であったことを考えれば仕方がないものであった。

会議は、議長の懸命な司会で順調に進み、16 件の決議事項を採択して成功裏に終了させることができた。川村氏は、この会議を司会するに当たって英会話の練習に没頭したあげく、英語の夢を見て、英語でうなされたと述懐されておられ、会議成功へ向けての議長の心労の一端をうかがい知ることができた。会議の閉会に際してスウェーデン代表の一人が出席者を代表して川村議長のリード振りの素晴らしさと SC 1 事務局の万端整った会議準備に対して絶大なる讃辞を述べ、“An unforgettable visit to Tokyo”の言葉を残して東京を去った。このスウェーデン代表は、帰国後「東京会議の運営と議長の司会は、素晴らしいものがあり、SC 1 活動の 6 年間の空白は十分に取り戻すことができた」と報告していることが間接的に我々の耳にも入った。

4. SC 1 活動指針

日本が SC 1 幹事国を引き受けるに当たり、過去を反省して、今後の活動方針を明確にした「SC 1 活動指針」を東京会議に提案して決議した。その概要は、次のとおりである。

新作業項目に対処して作業グループ (WG) を設立し、コンピーナーが中心となってワーキング・ドラフト (WD) を作成する（必要があれば標準化テストを行う）。次に 5 か国、15 分析所以上の参加を得て精度を求める共同実験を実施して技術的保証のついた鉄鋼分析方法国際規格原案として SC 1 内の承認を得た後、ISO 規格案 (DIS) として登録申請する一連の手順が述べられている。また、2 年ごとに開催される SC 1 国際会議での新作業項目の取り上げ方、コンピーナーの責任、精度を求める共同実験の計画方法、SC 1 で取り扱う鉄鋼試料の成分含有率範囲及び ISO 5725（試験方法の精度）の補遺などが記述されている。

これらは、ISO Directives に準拠して作成されたものであり、SC 1 としての専門性のための補遺でもある。この活動指針がその後の活性化に貢献した役割は多大なものがあり、今日、SC 1 は TC 17 内はもとより、中央事務局からも信頼のおける分科委員会として位置づけられている。

5. 新作業項目の選び方

東京会議に先立って、あらかじめ質問状を回付して今後の新作業項目を優先順位を付けて調査した。会議では、

この結果を前から引き継いだ作業項目に追加して新作業項目を議決した。その後、TC 17 内の他の分科委員会の要望も調査した上、SC 1 内で取り扱う鉄鋼成分とその含有率範囲の中から未規格化のものを列挙してそれらを次のように分類し、更に優先順位を付けて計画的に、効率よく、しかも時宜の得た方法規格作成に邁進することにした。

(1) 製品規格がありながら分析方法規格のない成分とその含有率範囲

(2) 鉄鋼製品に高度技術の導入が必要とされる微量成分とその含有率範囲

(3) 最新の分析技術の適用が可能な成分とその含有率範囲

(4) 既刊規格で見直しが必要な成分とその含有率範囲

(5) 上記以外のその他の成分とその含有率範囲

SC 1 では、ISO 規格を審判分析方法か、またはそれに準ずる基準的方法と解釈して案文作成をしている。例えば、炭素の定量方法は、日常作業分析方法であれば燃焼法による定量装置は鉄鋼の認証標準物質で校正すればよいが、ISO 規格では、一次標準試薬（蔗糖や炭酸ナトリウムなど）を基準として検量線を作成することになっている。その他の定量方法の場合も実用標準を用いる検量線作成法は採用していない。

6. WG（ワーキング・グループ）方式

国際会議で新 WG の設置が議決されると SC 1 事務局が新作業項目の登録をして同時に WG メンバーを募集する。選出されたコンピーナーは、すでに提案されている案文、国家規格、関連ある他分野の国際規格、自らまたは他からの提案などできるだけ数多くの方法を勘案して、必要あればコンピーナーのもとで、または 1 国 1 分析所程度の関係者に呼び掛けて標準化テストを行ってワーキング・ドラフト (WD) を作成する。

この WD と同時に共同実験要領とこれらを作成するのに考慮したコンピーナー見解を同封して WG メンバーのコメントを聴取する。必要と思われるコメントを採択して WD や実験要領の一部修正を行い、共同実験試料（適用範囲内で 8 本程度を、対数的に同程度の含有率の幅で分布するように選ぶ。必要によっては妨害元素の共存や試料の粒度などを考慮する）とともに関係者宛送付する。通常共同実験の期間は 6 か月であり、各国の通信代表者を通じて連絡を取り合う。

各試料についての実験回数は 3 回で、そのうちの 2 回はできるだけ短期間で一人の分析者が同一操作で（同一検量線を用いる）実験し、更に 1 回は同一人が日を変えて、同じ操作で（検量線は作り変える）実験する。この実験で繰返し精度 (r) と室内再現精度 (Rw) を求めることができる。また、この実験を 15 分析所以上で行うので室間再現精度 (R) も求められる。

これらの実験結果は、コンビナーのもとに集計され、技術的異常値の有無を調査した後、ISO 5725 に従った統計処理を行う。

コンビナーは、この統計処理結果と WD に対する各国からの意見を検討し、WG 報告書と修正 WD を作成して SC1 事務局を通じて全メンバー国に配布する。

この修正 WD は委員会原案 (CD) として登録されて次回国際会議で審議される。出席メンバー国の了解が得られれば、CD の最終版を作成して更に上の段階、すなわち国際規格案 (DIS) の段階へ進める。しかし、不満足な点があれば再度 WD、または共同実験要領を作り変えて WG 内で共同実験をやり直す。

7. ISO 5725 の補遺

ISO 5725 : 1986 (試験方法の精度-室間試験による標準試験方法の繰返し精度と再現精度の求め方) には、精度として次のことが定義されている。

(1) 繰返し精度 (r) ; 1 人の分析者が同じ装置で同一操作条件で同じ検量線を用い、短時間の期間内で繰返し実験した場合の精度 ($2.8 \sigma_r$)

(2) 室間再現精度 (R) ; 異なった分析室間で、同一試料を用いて実験した場合の精度 ($2.8 \sigma_R$)

これらは、ISO 規格の表題のとおり標準試験方法を評価するための精度であり、審判分析方法としてその分析室内における再現精度を評価する精度として使用することはできない。このため、TC 17/SC1 としては、1984 年の第 10 回シカゴ会議において繰返し精度 (r) と室間再現精度 (R) との中間的な室内再現精度 (R_w) を求める実験を追加することを決議し、これを継続している (この中間的な精度については、近い将来 ISO 5725 の改訂の際に追加されることになっている)。

これらの精度を利用する側から観察してみると、繰返し精度 (r) はその中に環境条件の変化による誤差要因が非常に少ないので分析方法のみの精度としてとらまえることができることから、分析方法間の優劣の比較に使用できる。室間再現精度 (R) は、試料のみが同一でそのほかの環境条件はことごとく異なるのもっとも大きい数値を示すはずであり、この精度は分析室間での分析値の比較に使用するのに好適である。これらの中間的な室内再現精度 (R_w) は、その分析室内における分析値の決定の際の許容限界として使用できるものである。審判分析に際して当該分析室における代表的分析値を決定するためには必要欠くべからざる精度である。

他方、鉄鉱石分析の ISO 規格ではこの室内再現精度

表 1 鉄鋼分析に関する ISO 規格一覧表 (1991 年 3 月 15 日現在)

元素	ISO 規格番号	定 量 方 法	対応する JIS 番号	JIS との 整合 性
C	437 9556 TR 4830-4	燃焼重量法 燃焼赤外線吸収法 燃焼電量法	G 1211 G 1211 G 1211	原理整合 原理整合・操作類似 原理整合・操作類似
Si	439 4829-1 4829-2	重量法 還元モリブドけい酸塩吸光光度法 (0.05%~1.0%) 還元モリブドけい酸塩吸光光度法 (0.01%~0.05%)	G 1212 G 1212 G 1212	原理整合・操作類似 原理整合・操作類似 原理整合・操作類似
Mn	629 TR 10281	過マンガン酸塩吸光光度法 フレイム原子吸光法	G 1213 G 1257	原理整合・操作類似 原理整合・操作類似
P	2732	りんバナドモリブデン酸塩吸光光度法	G 1214	原理・操作整合
S	671 4934 4935	燃焼中和滴定法 活性アルミナ分離重量法 燃焼赤外線吸収法	G 1215 G 1215 G 1215	原理整合 原理・操作整合 原理整合・操作類似
Ni	4938 4939 4940	ジメチルグリオキシム分離重量法/ 滴定法 ジメチルグリオキシム吸光光度法 フレイム原子吸光法	G 1216 G 1216 G 1216 G 1257	原理整合・操作類似 原理・操作整合 原理整合・操作類似 原理整合・操作類似
Cr	4936 4937	ジフェニルカルバジド吸光光度法 電位差滴定法/ 目視滴定法	G 1217 G 1217 G 1217	原理整合・操作類似 原理類似 原理・操作整合
Mo	4941	チオシアン酸塩吸光光度法	G 1218	原理整合・操作類似
Cu	4943 4946	フレイム原子吸光法 ジキノリール吸光光度法	G 1257 G 1219	原理整合・操作類似 原理類似
V	4942 4947 9647	N-BPHA 吸光光度法 電位差滴定法 フレイム原子吸光法	G 1221 G 1221 G 1257	原理・操作整合 原理類似 原理・操作整合
Al	9658	フレイム原子吸光法 (酸可溶/全)	G 1224	原理類似
B	10153	ケルクミン吸光光度法	G 1227	JIS 案-ほとんど整合
N	4945	インドフェノール青吸光光度法	G 1228	原理・操作整合
Nb	9441	PAR 吸光光度法	G 1237	原理不整合
—	TR 9769	鉄鋼分析方法の概要	—	—

(*Rw*) に相当する精度を繰返し精度と呼んで ISO 5725 で使用している記号と同じ記号 *r* を使用しているので注意が必要である。

8. SC1 に関する国内委員会活動

前節までは、SC1 の幹事国側からの立場で述べた。これを日本としての国内の立場からみると次のようになる。

日本が ISO/TC 17/SC1 の P メンバーとして登録したのは 1969 年で、それ以前すなわち 1967 年に(社)日本鉄鋼協会内に SC1 分科会を設立して池上卓穂氏(八幡製鉄・東京研究所副所長)を主査として鉄鋼大手 6 社の鉄鋼分析研究者が委員として参加した。国際会議には 1968 年に開催された第 4 回会議(このときだけは、オブザーバーとして参加)から連続して代表を派遣している。特に、第 9 回会議(於:東京)以降は、設置された WG にはすべて参加し、共同実験を通じて国際規格の作成に積極的に参画した。また、これまで 29 件の WG が設立されたが、それらのうち 9 件(31%)については日本がコンビーナーを務め、JIS 法を提案することによって両者の整合化に果敢にアタックしている。

1980 年からは特殊鋼の大手メーカー 1 社も国内委員会に参加して年数回ずつの会議を持ち、本年 2 月 28 日の会議で第 100 回目を迎えた。

日本が SC1 に関与してから 24 年、前述した SC1 幹事国業務を引き受けてから 11 年、昨年スペインのマドリードで開催した第 13 回 SC1 国際会議からは、佐伯正夫氏(新日本製鉄(株)・現 SC1 諮問部会長)が常任議長を務めるなど高い国際的信頼を勝ち得るまでになってきた。1980 年 9 月、日本が SC1 幹事国業務を引き受けた時点で勧告規格 4 件、国際規格 3 件及び技術報告 4 件の計 11 件であった SC1 関係の国際規格が 1991 年 2 月現在、国際規格 25 件及び技術報告 3 件の計 28 件(国際規格の内訳:14 元素, 25 定量方法)―詳細は表 1 参照―を数えるに至っている。これは、単に数のみの増加ではなく、国際共同実験によって各定量方法にはすべて分析精度が記載されているなど規格の品質向上も計られていることも評価されてよい。

9. 今後の課題

ヨーロッパでは、1992 年の EC 統合を目指して規格

類の整備も着々と進められており、これまで整備されていた EURONORM の改訂と追加には既刊の ISO 規格が続々と取り入れられている。日本も遅ればせながら昨年末工業技術院からの通達で JIS 中心主義から ISO 基本主義への転換をはかるよう検討を開始した。まず、JIS と ISO の審議団体を同一にすれば比較的簡単に両者の整合化は進むように考えられがちだが、それぞれに特徴があって簡単ではない。日本の鉄鋼界は世界的には先進的であり、ISO 規格の後塵を拝していたのでは、技術の衰退に繋がることになりかねない。鉄鋼分析方法の JIS は、日本の鉄鋼技術の進歩に合わせて発展させ、その JIS を ISO 化するよう働きかける努力をしながら前向きの姿勢で両者の整合を計るようにするのがよい。もちろん、ISO は、その旨とする審判分析方法、または基準的分析方法としての規格作成方針を今後とも継続して進めればよい。このような ISO 規格は、容赦なく JIS に採用すればよいのであって、規格制定に当たっては決して二重投資ではない。むしろ、ISO が旨としている方針への技術的アプローチについては日本がリーダーシップをとりながら新しい方向へ転換させることと、ISO 規格の作成期間の短縮を計ることが今後課題であろう。

10. あとがき

わが国の鉄鋼分析技術の国際的標準化の実態を述べてきたが、これらを支えてきた力は、同じ鉄鋼協会内に設置されている共同研究会鉄鋼分析部会と鉄鋼標準試料委員会がお互いに車の両輪のように絶えず努力しあった結合した力であったと信じている。また、忘れてはならないことに、この日本の分析技術を国際の場に引き出してくれたのは SC1 Secretary として鉄鋼大手各社から派遣されてきた他部門の技術者である小田照巳氏、町村直義氏、坪根巖氏、平田英一氏、寺嶋久栄氏、柿田和俊氏のおかげがあったことである。ここにその旨を記述して感謝の意を表する。

これまで述べてきたように、鉄鋼分析に関する ISO 規格のほとんどは日本の鉄鋼界あげての成果であり、財産でもあるので、広く利用してもらえるように SC1 分科会の委員の方々の御協力で和訳が進められていることを付記しておく。