

標準化 ニュース

JIS の 紹 介

改訂された JIS 鉄および鋼の化学分析方法

神 森 大 彦*

1. ま え が き

鉄および鋼の化学分析方法は、1963年に改訂されてから3カ年を経たので見直すことになり、昭和41年5月にその業務を担当する鉄鋼化学分析分科会が、日本鉄鋼協会共同研究会内に設置された。一方昭和41年6月に日本工業標準調査会鉄および鋼分析専門委員会で現行法に対する詳細なアンケートが、広く鉄鋼メーカー、使用者、中立機関に対してとられ、その集計結果が報告された。鉄鋼化学分析分科会では、41年5月から43年5月まで9回にわたり委員会を開いて改訂原案のとりまとめを行なった。その結果は、43年3月および5月の鉄および鋼分析専門委員会で審議をうけ、一部字句の訂正を経たのち承認をうけた。

2. 鉄鋼化学分析分科会の運営方針

鉄鋼化学分析分科会では、つぎの方針に従って改訂原案の作成にあたった。

(1) 前記アンケートの集計結果をなるべく尊重する。

(2) 現在では光電測光式発光分光分析方法およびけい光X線分析方法による鉄鋼分析がJIS化され、実用化も進んでいるので、化学分析方法は標準法として正確で精度の高いものを考える。

(3) ISO(国際)規格も鉄および鋼中の炭素(燃焼重量法)、けい素(過塩素酸脱水重量法、アスコルビン酸還元モリブデン青吸光度法)、マンガン(過よう素酸酸化吸光度法)、りん(中和滴定法、りんパナドモリブデン吸光度法)およびいおう(燃焼ほう酸ナトリウム滴定法)各定量方法の決定をみているので、漸次JIS法の一つとして吸収し、両者を一致させる。

(4) 最近特殊元素を複合添加した新鋼種が市場に出回っているので、これらの鋼種にも適用できるような妨害元素の除去法を明らかにする。

(5) 分析許容差を各分析方法について決定するためなるべく日本鉄鋼標準試料分析成績表を利用し、不足は共同実験によつて補足する。

3. 鉄および鋼の分析方法のおもな改訂点

以上の方針に基づき共同実験ならびに審議を重ねて改訂原案を作成したが、改訂した主要点はつぎのとおりである。

(1) 規格の書式 審議の末期にJIS分析規格の書式統一の委員会が別途に開かれ、現在なお審議中であるがその影響で書式の一部が変更された。たとえば現行の

「鉄および鋼の炭素分析方法」の表題は、「鉄および鋼中の炭素定量方法」となった。この書式の統一は、次期改訂のときに本格的に実施の予定である。

(2) 通則 その後化学分析通則や吸光光度法通則が制定されたので、これらに規定されているハカリ、分銅、計量器、ガラス器具などの付則は全部削除した。解説に記されている許容差は、ほとんどの分析方法について決定できた。現行に比べ試料数と実験箇所を著増させたので妥当性は向上したと思うが、鋼種および含有率別の層別にはなお不十分と考えられるので、今後の努力を待ちたい。

(3) 各元素の定量方法 炭素については、凝縮気化法が廃止され電量測定法が加わった。けい素については、重量法の適用範囲が0.1%以上に改められ、チタンを多量に含む試料についての備考が追加された。マンガンについては、ビスマス酸ナトリウム法が廃止となり、吸光光度法はISOに準じ過よう素酸ナトリウム酸化法となり、現行の過硫酸アンモニウム酸化法は備考となった。りんについては、ニオブ鋼に対して備考が追加された。いおうについては、モリブデン鋼に対し燃焼よう素酸滴定法が、微量いおうに対しMIBKまたは活性アルミナ分離法とパラローズアニリン吸光光度法が追加された。ニッケルについては、滴定法のうちシアン化カリウム法が廃止となり、EDTA法の指示薬のCu-PANとムレキサイドがそれぞれ本文および備考に交換された。モリブデンについては、タングステン共存の場合を備考とするほか操作の細部に改訂があつた。銅については、現行のジエチルジチオカルバミン酸吸光光度法が、ビスシクロヘキサノンオクサリルジヒドラゾン法に改訂された。タングステンについては、不純タングステン酸中のクロム、モリブデン、バナジウム定量方法を具体的に規定したほか操作の細部に改訂があつた。バナジウム、コバルトについては、操作の細部に変更があり、コバルト吸光光度法の備考法が廃止された。チタンについては、アリザリンスルホン酸吸光光度法が廃止され、TOPO抽出-チオシアン酸塩法が加わった。アルミニウムについては、EDTA滴定法の全面見直しがあり、磁気水銀陰極電解法、クッペロン分離トリウム滴定法が追加された。ひ素については、滴定法に亜ひ酸ナトリウム標準溶液を使用する方法が、吸光光度法による化物抽出分離法が採用され、いずれも現行法が廃止となった。すずについては滴定法の備考法が廃止となり、吸光光度法は酸化ヘマト

* 日本鉄鋼協会共同研究会鉄鋼分析部会化学分析分科会主査

八幡製鉄(株)東京研究所 工博

キシリン法がよう化物抽出フェニルフルオロン法に変わり、ポーラログラフ法が廃止となった。ほう素については、イオン交換分離容量法、キナリザリン吸光光度法が廃止となり、メチレン青吸光光度法では水洗操作が加わり、不溶性ほう素定量方法ならびに高合金鋼、ニオブやタンタルを含む試料に対する備考が追加された。窒素については、硫酸および塩酸と過酸化水素水による分解

法、ネスラー吸光光度法が追加された。鉛については、チタンを含む試料に対する備考が追加され、吸光光度法の操作の細部に変更があつた。マグネシウム、ジルコニウムについては、操作の細部に変更があり、ニオブ、タンタルについては、フィチン分離チオシアン酸吸光光度法が追加された。

近く改正される JIS 直読法による発光分光分析法

川 村 和 郎*

1. ま え が き

最近の製鉄所の分析設備といえ、まず真空形光電測光式発光分光分析装置があげられるほど、その普及ぶりには目を見張らせるものがある。光電測光法による鉄鋼の発光分光分析法の JIS は、その分析技術がまだ揺籃期にあつた 1963 年に JIS G 1203 (鉄および鋼の光電測光式発光分光分析方法通則) および JIS G 1253 (鉄および鋼の光電測光式発光分光分析方法) として制定されたがその後の発光分光分析技術の急速な発展とあいまつて装置の改良・性能向上も著しく、もつと現状に密接しかつ分析関係者自身の要求をも満足させるような高い水準の JIS を希望する声が逐次高まつてきた。そこで 1968 年 7 月工業技術院はこの要望にこたえ、日本鉄鋼協会にこれら JIS の改正原案の作成を委託した。

当協会ではこのため鉄鋼共同研究会鉄鋼分析部会発光分光分析分科会の中に JIS 改正原案作成小委員会を設け、これまで行なつてきた各種の調査および共同実験結果を基に改正作業を進め、第 23 回鉄鋼分析部会の承認を得て改正原案を工業技術院に答申した。

これらの新 JIS は旧 JIS に比べ大幅に改正されているので、本誌を通じその改正点を紹介し各位の参考に供したい。

2. JIS G 1203 改正の経緯と改正点

JIS G 1203-1963 鉄および鋼の光電測光式発光分光分析法通則の改正にあたり、すでに制定されている JIS K 0116-1965 (発光分光分析方法通則) と内容が重複する点が多く、その存続には賛否両論があつたが討議の結果やはり鉄および鋼の光電測光法専用の通則が必要との意見が大勢を占め、同時に改正される JIS G 1253 の内容に合わせて全面的な改正が行なわれた。

今回の改正で特に考慮された点は次のような事項である。

- (1) 日常標準的に行なわれる作業のうち“一般的事項”を主体にして記述されたこと。
- (2) 固体試料のほか現在実用化されている溶液試料の分析にも適用できるように書き改められたこと。
- (3) 試料の採取・調製あるいは定量操作など分析作業に直接たずさわっている人達の参考になるように更に具体的にわかりやすく記述されていること。
- (4) 新たに本法を使用しようとする人達のために、各装置の特徴・得失などを解説し装置選択の参考に供せ

られていること。

- (5) 分析誤差とその管理あるいは安全衛生の項が追加されたこと。

3. JIS G 1253 改正の経緯と改正点

JIS G 1253-1963 鉄および鋼の光電測光式発光分光分析法は分析規格としては不満足な点が多かつたため、今回の改正にあたり実際の分析作業に直接役立つ実用的・具体的なものにするよう特に努力が払われた。

今回の改正で特に顕著な特色は次のような事柄である。

- (1) 試料の採取・調製から定量に至るまでの一連の日常作業で標準的に行なわれる操作やこれに付随して使用される材料についてできるだけ具体的に記述されていること。
- (2) 旧 JIS では常圧形法と真空形法に区分してそれぞれ定量元素および範囲を規定していたが、両法に本質的な差は無く今回これらを一本化し、現在最も広く使用されている真空形を中心に記述されたこと。
- (3) 分析試料は溶湯試料と製品試料とも通常 20 mm 以上の平面状に成形できる塊状のものとしたこと。
- (4) 定量元素は 21 元素で通常鉄鋼に含有されるほとんどすべての元素となっており、その定量範囲も実態に即して改められた。
- (5) 定量に際して非常に重要な妨害可能元素や金属組織・非金属介在物などの影響については、研究報告を中心に文献を参照して抜すいし解説してあること。
- (6) さらにこの方法がもつ精度の目安を示すものとして、炭素鋼・低合金鋼・ステンレス鋼につき鉄鋼数十社が参加して行なつた共同実験の解析結果から得られた所内・所間誤差推定式が示され JIS 利用上の参考に供されていること。

4. む す び

以上改正までの経緯と改正点について簡単に述べたがこの改正により米国 (ASTM)、英国 (BS) など諸外国の規格に比べまさるとも劣らぬ規格ができたことはわが国の分析技術の水準を示すものとして喜ばしいことである。これを機会に本法が発光分光分析者の間でますます使用され、より迅速なより正確な工業分析法として発展していくことを望む次第である。

* 日本鉄鋼協会共同研究会鉄鋼分析部会蛍光 X 線分析分科会主査
富士製鉄(株)中央研究所