

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