

鉄鋼標準試料委員会ニュース

I. 試料入庫状況

- (1) 12月入庫予定 110-3, 111-5 (鋳物銑) けい光X線分析用標準試料 (166種1組)
 (2) 48年1月入庫予定 680-1, 681-1(インコロイ800), 683-1(インコネル600), 860-1(マンガン鉱石),
 870-1(クロム鉱石) [以上新製品] 509-3 (強靱鋼)

I. 分析成績正誤表

List No	JSS No	品名	成分	区分	原文	訂正文
38	810-1	テキサダ鉄鉱石	FeO	標準値	27.78	27.82
				平均値	27.783	27.820
			SiO ₂	標準値	3.76	3.77
				平均値	3.757	3.770
			Al ₂ O ₃	標準値	0.955	0.960
				平均値	0.964	0.960
		Cu	標準値	0.064	0.047	
		CaO	標準値	2.07	2.08	
			平均値	2.069	2.078	
65	504-1A	強靱鋼	Mn	(分析所10)	f_0 0.52	f 0.25
					0.52	0.52
78	514-2	肌焼鋼	Cu	(分析所10)	k 1.001	k 0.101
					1.000	0.100
122	607-2	高速度鋼	W	標準値	17.61	17.54
				平均値	17.610	17.542
			Co	標準値	4.75	4.73
				平均値	4.750	4.733
123	608-2	高速度鋼	Mo	標準値	0.65	0.66
				平均値	0.653	0.658
			W	標準値	17.12	17.20
				平均値	17.124	17.205
			V	標準値	1.269	1.268
	平均値	1.269	1.268			
		Co	標準値	10.26	10.28	
			平均値	10.260	10.278	
155	167-1	標準化用合金鋼2	Mo	平均値	0.1494	0.1492
				標準値	0.0052	0.0057
			B	平均値	0.00516	0.00568
			標準値			
156	167-1	標準化用合金鋼3	Sn	標準値	0.011	0.013
			平均値	0.0104	0.0130	

II 技術解説 機器分析用標準試料の解説(1)

—標準化シリーズ(A)および普通鋼シリーズ(A)について—

1. 構成および形状

標準化シリーズ(A)および普通鋼シリーズ(A)はそれぞれ6種/組から成り、35mmφ×30mmの円柱状試料で第1表に示すような成分を含有している。

2. 製造方法

これらのシリーズは、それぞれ真空溶解炉で、目標成分を含有する鋼塊(100kg)を溶製し、これを50kg真空アーク用消耗電極に鍛造成型して、真空アーク溶解し、溶解材を35mmφの丸棒に鍛伸する。この鍛伸材のT.M.B部から偏析調査用試料(35mmφ×30mm)を切出し、発光分光分析法により偏析を調査し標準試料としてじゅうぶんな試料間精度を有することを確認している。これらは新日本製鉄株式会社八幡製鉄所技術研究所に製造を依頼している。

3. 標準化試料とは

日本工業規格の発光分光分析法(JIS G1203-1970, G-1253-1970, Z2611-1971)には、『装置の時間的変動によつて測定値にずれを生じたとき、検量線を作成しなおしてもよいが、通常、操作を簡略にするために2種類の標準化試料を用いて分析装置を調節し、その測定値のずれに対して修正を行なう。標準化試料は標準試料系列の中から適切なものを選んでよいが、均質で測定値の再現性のよいものであれば必ずしも標準試料でなくてもよい』と記述されている。

第1表 元素含有率一覽表 (%)

元 素		C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	
JSS No	標	162-1	0.03 ₁	0.004 ₃	0.10 ₀	0.002 ₄	0.040 ₃	0.04 ₂	0.46 ₄	0.36 ₄
	シ	163-1	0.19 ₉	0.20 ₆	0.45 ₅	0.021 ₂	0.022 ₉	0.10 ₁	0.11 ₁	0.10 ₉
	リ	164-1	0.50 ₂	0.01 ₉	0.80 ₇	0.059 ₂	0.005 ₆	0.28 ₃	0.02 ₀	0.01 ₄
	1	165-1	(0.008)	—	—	—	—	—	—	—
	化	166-1	(0.004)	—	—	—	—	—	—	—
	ズ	167-1	—	—	—	—	—	—	—	—
普	シ	420-5	0.10 ₀	0.01 ₂	0.32 ₁	0.028 ₉	0.037 ₆	0.10 ₆	0.15 ₉	0.05 ₄
	リ	421-5	0.15 ₄	0.01 ₃	0.32 ₂	0.029 ₀	0.028 ₂	0.10 ₆	0.03 ₆	0.02 ₆
	通	430-5	0.19 ₆	0.11 ₄	0.39 ₅	0.028 ₃	0.038 ₁	0.10 ₂	0.05 ₃	0.10 ₅
	1	440-5	0.39 ₈	0.25 ₄	0.43 ₄	0.022 ₁	0.024 ₄	0.08 ₃	0.05 ₇	0.10 ₄
	鋼	460-5	0.60 ₃	0.24 ₄	0.43 ₂	0.022 ₁	0.025 ₁	0.08 ₄	0.01 ₃	0.02 ₃
	ズ	461-5	0.79 ₃	0.26 ₀	0.43 ₇	0.022 ₇	0.024 ₁	0.08 ₆	0.03 ₇	0.02 ₄

() : 参考値

第2表 再現精度の比較

元 素	含有率 (%)	再現精度 (\bar{R})			元 素	含有率 (%)	再現精度 (\bar{R})		
		JSS	NBS	差			JSS	NBS	差
C	0.5	0.0054	0.0085	○0.0031	Cr	0.5	0.0044	0.0067	○0.0023
Si	0.5	0.0091	0.0070	△0.0021	Mo	0.5	0.0115	0.0081	△0.0034
Mn	0.5	0.0043	0.0070	○0.0027	V	0.5	0.0039	0.0063	○0.0024
P	0.05	0.00111	0.00146	○0.00035	Al	0.05	0.00133	0.00290	○0.00157
S	0.05	0.00135	0.00364	○0.00229	Ti	0.3	0.0035	0.0062	○0.0027
Cu	0.3	0.0036	0.0055	○0.0019	Sn	0.1	0.00163	—	—
Ni	0.5	0.0047	0.0067	○0.0020	Nb	0.2	0.00499	—	—

○印 JSS の再現精度が優れていることを示す。 △印 NBS の再現精度が優れていることを示す。

標準化試料は測定再現性が良好でなければならないことは標準試料と同様であるが、正確な元素含有率を求めたり、測定時に他の共存元素の影響を懸念したりすることは必ずしも必要ではない。——日本鉄鋼標準試料委員会では検量線を作成するさいの試料としても使用できるものを“標準化試料”と呼び、単に日常作業の検量線の妥当性を確かめるためにのみ使用する試料を“管理試料”と呼ぶことにしている。——すなわち、あらかじめ繰り返しの平均測定値を求め、標準化試料の“使用上の標準値”とする。この値は共存元素の影響を加算した値であり、化学分析法で求めた標準値とは異なる値である。検量線の妥当性の確認のさいは、この“使用上の標準値”とそのときの分析値とが所定の許容差内に一致しなければならない。

4. 再現精度¹⁾

4.1 NBS 試料²⁾との再現精度の比較

再現精度として各試料についての \bar{R} ³⁾ を求め、元素含有率との相関関係を一次回帰式で求めた。この一次回帰式から元素ごとに一定濃度の再現精度 (\bar{R}) を求め、JSS 標準化試料シリーズと NBS 1160 番シリーズを比較してみると第2表のとおりである。

第2表からも Si と Mo が NBS に比較してわずかに劣っているが他の元素は優れていることがわかる。

4.2 試料両面の再現精度の比較

各試料の両面を2回連続発光し、2回繰り返し測定した結果両者間には差がなかった¹⁾。

5. 検量線

標準化試料はその性格上多数の共存元素を含有するので検量線作成用試料として使用する場合は、共存元素の影響を検討しておく必要があるが、JSS 標準化試料はじゅうぶん検量線作成用試料としても使用できることを確認している。しかし、P (1774.9Å) は Cu 1774.96Å, S (1807.3Å) は Mn II 1807.50Å, Al (3082.2Å) は Mo 3082.20Å および W 3082.11, W 3081.01Å などの近接線に注意する必要がある。検量線の一例を次図に示す。

注 1) 詳細はつぎの資料を参照して下さい。

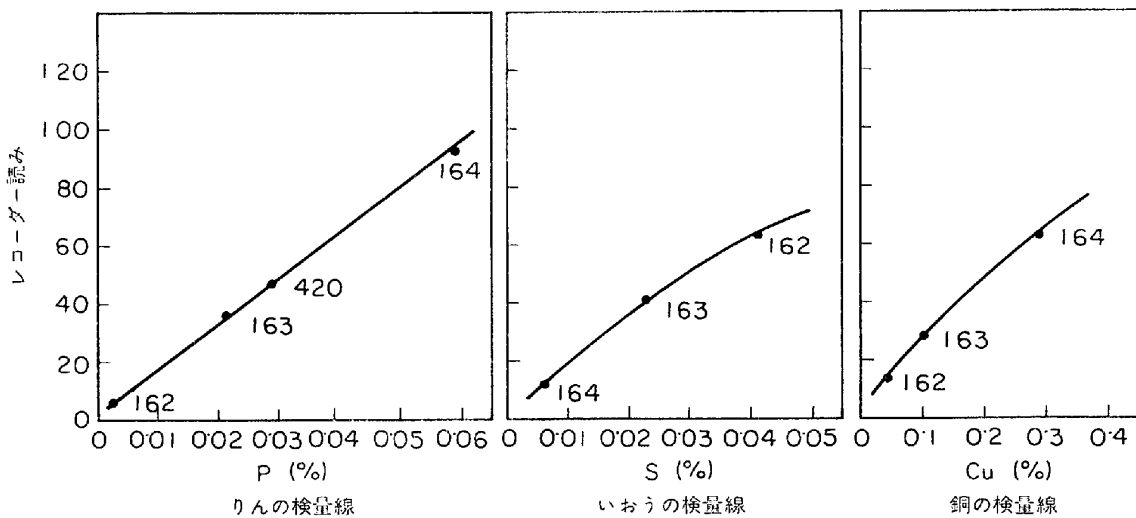
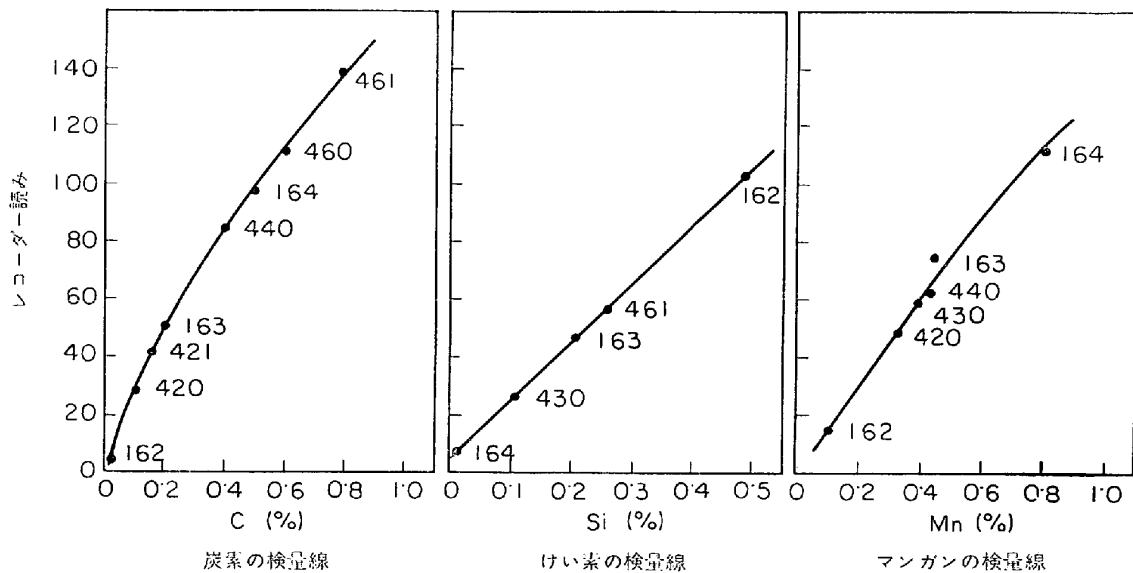
「低合金鋼の機器分析用日本鉄鋼標準試料の評価」 岡崎, 河島: 鉄と鋼, 58 (1972) No 3, 533~548

「低合金鋼の機器分析用日本鉄鋼標準試料の評価」—標準化試料Aシリーズ—

岡崎, 河島: 鉄と鋼, 58 (1972) No 12, 1718~1728

2) NBS 試料 National Bureau of Standards (米国商務省) SRM No 1160 番シリーズ8種のことを指す。現在では品切れで購入できないが最近 1200 番シリーズ5種が売出されている。

Mo	V	Co	Ti	Al	As	Sn	Nb	B	Fe
—	—	—	—	0.041 ₃	—	—	—	—	(98.4)
—	—	—	—	0.024 ₃	—	—	—	—	(98.8)
—	—	—	—	0.043 ₆	—	—	—	—	(98.2)
0.01 ₃	0.30 ₆	0.11 ₆	0.01 ₄	(0.018)	0.09 ₆	0.11 ₄	0.20 ₅	0.0012 ₂	(99.1)
0.14 ₉	0.10 ₂	0.06 ₁	0.09 ₆	(0.003)	0.04 ₈	0.05 ₇	0.11 ₆	0.0056 ₈	(99.4)
0.31 ₁	0.01 ₂	0.01 ₄	0.29 ₃	(0.009)	0.00 ₉	0.01 ₃	0.01 ₂	0.0108 ₆	(99.3)
0.01 ₈	—	—	—	—	0.01 ₆	0.01 ₂	—	—	(99.1)
0.01 ₃	—	—	—	—	0.01 ₆	0.01 ₆	—	—	(99.2)
0.01 ₄	—	—	—	—	0.01 ₆	0.01 ₆	—	—	(98.9)
0.01 ₅	—	—	—	—	0.01 ₆	0.00 ₉	—	—	(98.6)
0.00 ₇	—	—	—	—	0.01 ₉	0.00 ₅	—	—	(98.5)
0.01 ₁	—	—	—	—	0.02 ₂	0.00 ₉	—	—	(98.3)



3) \bar{R} 各試料の連続 2 回の定量値の範囲 (R) を試料ごとに 2 個求めてその平均値 (\bar{R}) を求め、さらにこれを全分析所 (4~10 か所) について平均した値 ($\bar{\bar{R}}$) である。