

鉄鋼標準試料委員会ニュース

No.14

I 試料入庫状況

昭和 48 年 11 月 GS-1a* (管理試料) * 新製品

II 技術解説

鋼中ガス分析用管理試料は GS-1a の試料名称で近日中に頒布開始されるが、このものは SUS 304 相当のステンレス鋼線材で、酸素、窒素および水素の参考分析値表 1 が与えられている。

この参考分析値は数分析所が共同実験を行なった平均値で、かなり信頼性は高いが、標準値ではないことに注意されたい。使用に当つて多数個分析してみて、同条件で分析した標準試料との関係を調べ、自所での標準値もしくは管理値を定めておくとその後ガス分析装置の管理に都合よく使用することができる、参考までに日常分析にこの管理試料を使用した例を以下に記す。

1. 酸素分析

真空溶融法による鋼中の酸素分析は、試料に含まれるマンガン、アルミニウム、クロムなどの影響を受け、発生する一酸化炭素の吸着によつて定量値が低値を示すことはよく知られている。ガス分析装置として、エクスハログラフ EA-1 (バルザース社製) を用いてマンガンを含む SUS 304 相当の同一試料を連続分析した場合の酸素分析値とマンガン濃度との関係を図 1 に示す。分析条件は、抽出温度 1700°C、抽出時間 5 min、試料重量はそれぞれ 1.5 g 前後で鉄浴を用いている。

この図から浴中のマンガン濃度が高くなると、酸素分析値が低下していく傾向がみられる。このような場合、酸素含有量既知の管理試料を適当な順序に何個か組入れて分析すれば、酸素分析値の変動を補正することができる (例えば、第 1, 11, 21, 31 番目に計 4 個分析し、比例補正を行なう)。

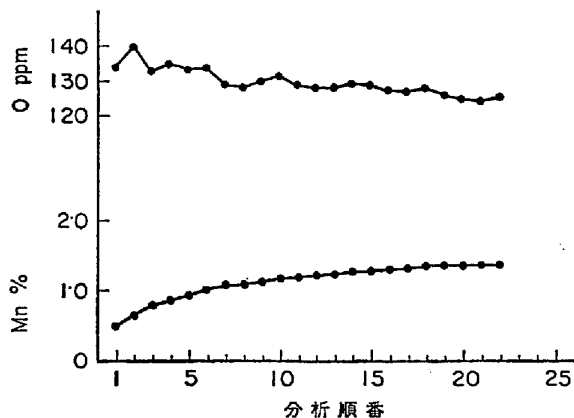


図 1 溶融浴中マンガン濃度と酸素分析値の関係

2. 窒素分析

鋼中の窒素分析装置として、ナイトロマット (国際電子製) を用いる場合、黒鉛るつぼは 1 試料ごとに新しいものを使用するため、溶融試料の蓄積の影響を受けて抽出率が低下するという問題はない。しかし溶融炉や測定系の安定性の関係で、常に一定した測定強度が得られるわけではない。この管理試料をナイトロマット通電後 1 時間目から測定を開始し、1 時間目ごとに測定を行なつて、16 日間にわたつて測定強度の変動をみると、次の表 2 のようになる。

3. 水素分析

真空溶融法による水素分析値は、浴の状態の影響を受け分析の順番によつてある傾向を示している。前述の酸素分

表 1 GS-1a の参考分析値 (ppm)

ガス成分	酸 素	窒 素	水 素
平均値	87	235	4.4
標準偏差	4.1	8.1	0.29
分析所数	12	12	11

素材成分 (%) Ni, Cr

表 2 窒素測定強度値の時間変動

日	1 時間	2 時間	3 時間
1	459	461	450
2	448	442	417
3	497	452	442
4	469	448	461
5	487	372	437
6	437	429	463
7	453	446	422
8	446	450	387
9	412	402	455
10	434	430	435
11	417	464	433
12	462	399	412
13	434	430	406
14	447	392	387
15	536	440	420
16	416	404	397
平均	453	430	426

表 3 分析順番と水素分析値

分析順番	1	11	21	31
水素分析値 (ppm)	4.65	5.24	4.88	4.62
標準偏差	0.635	0.688	0.667	0.673
データ数 (個)	160	160	160	160

析と同様の条件で、エクスハログラフ EA-1 を用い、SUS 304 相当の同一試料を、第 1, 11, 21, 31 番目に計 4 個分析し、これを 160 回繰返した結果を表 3 に示す。

これから第 11 番目頃がやや高値を示していることがわかる。水素分析値は酸素同様管理試料によつて補正可能である。SUS 304 相当の試料は水素値がきわめて安定であり、5 年間経てもほとんど水素の逸散がみられなかつたという報告（学振 19 委ガス分析協議会資料ガス 462）もある。

管理試料の窒素測定強度が時間によりやや減少の傾向のあることがわかる。これを補正するため、日常分析作業の中に管理試料を組入れて使用すれば、日間、日内の検量線変動を補正することができ、分析作業がきわめて簡便なものになる。これは窒素ガスによる検量線チェックよりも、溶融炉の状態を含めて補正できるため、望ましいものと思われる。