

鉄鋼標準資料委員会ニュース

I 試料入庫状況

102-2(製鋼用鉄), 機器分析用検量線シリーズA(150~155), ステンレス鋼シリーズA(650~655).

II 技術解説

高速度鋼標準試料について

1. 試料の構成および形状

日本工業規格に定められた高速度工具鋼材料規格鋼種を網羅したのが, このシリーズの標準試料である. 化学分析用試料は 16~60 メッシュのチップ状で, 機器分析用は, 32φ×20 mm のディスク試料となっている. いずれも, 高速度鋼シリーズAとして, JSS 606~611 の6種があり, 同一試料番号の品種毎に製造順に番号のあとに, -1, -2 ……によつて区分されている. 溶製鋼塊毎に成分含有率に若干の相違があるが, 大約, 表1の組成の試料群である. なお, 機器分析用試料は6種1組の箱詰となっている.

表1 高速度鋼Aシリーズ概略組成

(%)

試料番号	鋼種	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	W	V	Co
606	SKH2	0.75	0.25	0.35	0.02	0.005	0.05	0.10	4.0	0.7	17.0	0.8	—
607	SKH3	0.8	0.3	0.3	0.02	0.005	0.05	0.05	4.0	0.8	17.0	0.9	5.0
608	SKH4A	0.75	0.3	0.3	0.02	0.005	0.05	0.05	4.0	0.5	17.0	1.2	9.3
609	SKH55	0.85	0.3	0.3	0.02	0.01	0.05	0.05	4.0	5.0	6.5	1.8	5.0
610	SKH57	1.3	0.3	0.3	0.02	0.01	0.05	0.05	4.0	3.5	9.5	3.0	9.5
611	SKH9	0.9	0.3	0.3	0.02	0.005	0.05	0.05	4.0	5.0	6.0	1.8	—

2. 製造方法および標準値

このシリーズは, それぞれの目標成分を含有する鋼塊を溶製, 一次鍛伸鋼片を作成し, 発光分光分析により鋼片両端の成分変動を調査し, 主要成分について級内変動率1%以内であることを確認した鋼片部分を鍛伸する. この二次鋼片について標準試料委員会規程にしたがい, 均質性を確認の上, 所定の形状に加工成形し, 標準試料とする.

表2 化学分析用分析値の一例

元素	JSS 607-4		JSS 611-4	
	平均値 (%)	標準偏差* (%)	平均値 (%)	標準偏差* (%)
C	0.796	0.0092	0.895	0.0181
Si	0.284	0.0058	0.282	0.0049
Mn	0.320	0.0060	0.314	0.0048
P	0.0161	0.0012	0.0195	0.0008
S	0.0072	0.0007	0.0052	0.0009
Ni	0.0582	0.0034	0.0854	0.008
Cr	4.008	0.048	3.965	0.037
Mo	0.846	0.013	4.785	0.0355
Cu	0.0382	0.0014	0.0537	0.0020
W	17.072	0.069	6.256	0.067
V	0.899	0.031	1.756	0.036
Co	4.786	0.053	0.372	0.03
N	0.0208	0.0006	0.0379	0.0011

* 各分析所(分析所数 $l=9\sim 11$)における独立2回の分析値の平均値(\bar{x}), 標準偏差($\sigma\bar{x}$)で示す. なお鉄鋼標準資料委員会規程(細則7)に従つて異常値と判断される分析値は棄却してある.

表3 分析条件

発光条件	試料表面仕上 対電極 火花間隙 発光雰囲気 積分時間 予備放電	アルミナ質60番研磨紙 頂角90度 6mmφ銀棒 6mm アルゴン15 l/分 約20秒 20秒
起条件記	記号 静電容量 自己誘導 二次抵抗	DC-LVS 6μF 50μH 5Ω
分析線 (Å)	内標準 W Mo V Co	Fe 2714.4 W 2204.5 Mo 2775.4 V 3110.7 Co 2580.3

試料の標準値は, 日本鉄鋼標準資料委員会構成員のうち 11 分析所が, それぞれ独立2回分析した結果を日本工業規格分析方法解説に示されている許容差内であることを確認する等の分析技術的判断により決定される. 試料はこの全分析データを添付頒布される.

最近, 調製された化学分析用標準試料の分析値の一例を表2に示す. 各国市販標準試料に遜色ない良質の標準試料を提供している. このシリーズの標準試料は素材の製造から試料の調製まで一貫して日立金属株式会社安来工場に依頼している.

3. 化学分析用標準試料

高速度鋼の市販標準試料は比較的種類が少なく、商用鋼種を網羅したこのシリーズは、化学分析における一次標準として、分析方法の評価、新分析方法の開発、分析手順の検討、二次標準の標準値決定等に分析技術者が安心して利用でき、日本工業規格分析方法の制定や改訂の段階での共同実験や開発研究にも多用されている。

4. 機器分析用標準試料

発光分光分析や蛍光X線分析においては、装置の標準化や検量線の作成に、標準試料が不可欠なものであることは周知のとおりであるが、試料自身の冶金学的履歴や、マトリックス効果（共存元素の種類や量による励起効果、吸収効果、スペクトル線の重なり等）を十分配慮した検量法の確立が必要である。この目的のためには、残念ながら試料体系が整備されているとはいえない。

このシリーズの役割は、検量線の様相を検討、装置標準化の一助として、実際分析試料と必要要件を考慮して分析技術者が準備する二次標準との関連づけを前提条件として確認しておき、機器分析法の継続的管理に資する一次標準として位置づけられる。

JSS 606-3~611-3 を用い、発光分光分析を行なった一例について主要元素の分析条件を表3に、スペクトル線強度比と標準値の関係を図1に示した。

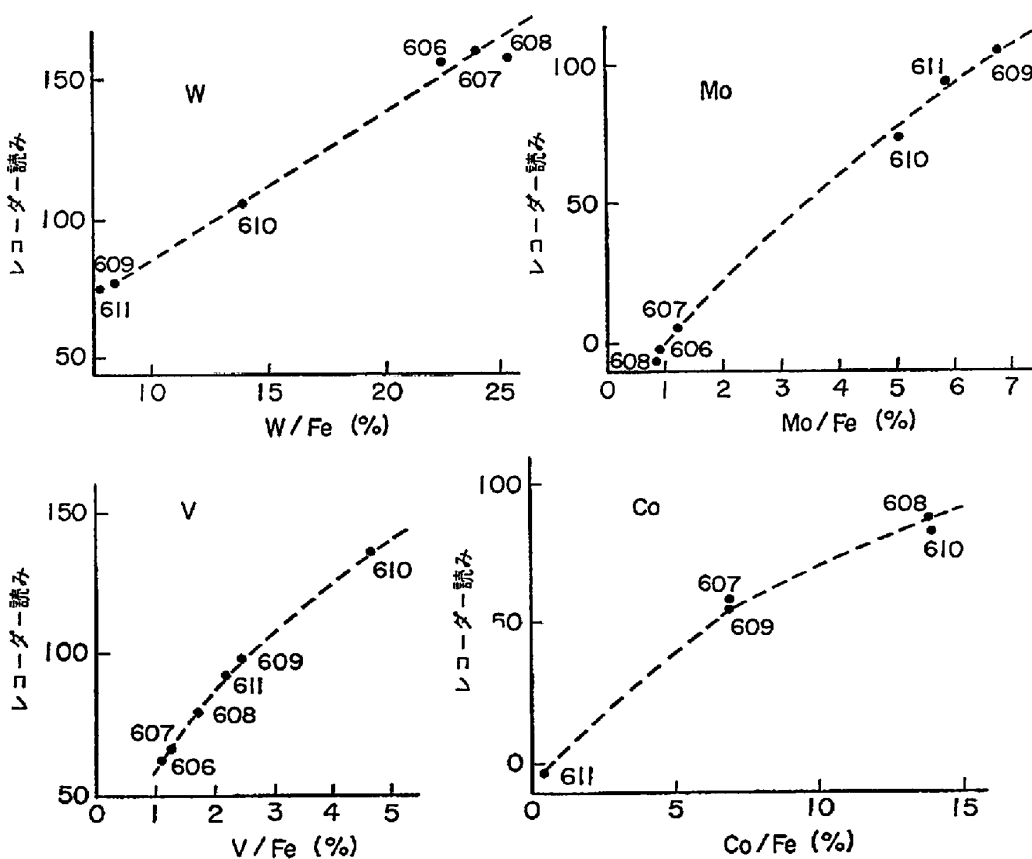


図1 スペクトル線強度と標準値の関係