

## 鉄鋼標準試料委員会ニュース

No 19

## I 試料入庫状況

昭和 49 年 2 月 607-4, 608-4, 610-4, 611-4 (高速度鋼), 112-3 (鋳物用鉄), 230-3 (りん専用鋼), 242-5 (いおう専用鋼), 421-6, 460-3 (普通鋼), 518-1 (鉛炉削鋼\*) \* 新製品

## II 技術解説

世界の鉄鋼標準試料について

- |                |            |
|----------------|------------|
| 1. ま え が き     | } I (前号)   |
| 2. 鉄鋼標準試料の分類   |            |
| 3. 各国標準試料の詳細   | II         |
| 4. 各国標準試料の分析精度 | } III (次号) |
| 5. 鉄鋼標準試料の問題点  |            |
| 6. 参考図書および資料   |            |

上記内容を 3 回に分けて掲載いたしております。

## III 各国標準試料の詳細

## 3.1 NBS

NBS (National Bureau of Standard, 米国標準局) は, 米国商務省に属し, 1901 年に創立された国立の研究機関で, 以前はワシントン市の商務省の近くにあつたが, 約 10 年前に同所北西約 80km の郊外 Gaithersburg に約 2.29 km<sup>2</sup> の広大な土地に本館のほか 20 の建物に分散し, 延 23 万 m<sup>2</sup> の研究室と事務室を持つ研究所を設置して移転した。現在, 所員は約 3,500 名で, 年間予算約 26.6 億円 (昭和 46 年調査) で活動している。

この研究所の主な任務は, 化学, 物理学, 工学, 工機および商業の各分野で必要な各種測定的基础となる標準物質と標準データおよび各種の物理測定法の確立, 制定とその維持などに関する仕事である。そして商務省のみでなく, 米国政府の各機関との連携を保ちながら基礎科学, 応用科学, 工学および技術の広い分野にわたって活動している。研究所の中は Institute と Center とに分けられ, 標準試料に関しては, The Institute for Material Research で取り扱われている。

NBS は, 古くから各種の標準試料を調製し, 米国および各国に市販している。わが国でも以前から化学分析のチェックなどに広く利用してきており, もつとも信頼性の高い標準試料として評価している。

NBS は, 以前は標準試料 (Standard sample) という名で化学成分の分析値をつけた各種の鉄鋼, 鉱石などを供給してきたが, 今日では 670 種類以上の各種の試料が "標準比較物質 (Standard Reference Materials 略して SRM) との名称で, 単に, 化学分析値を付した標準試料という意味のみでなく, 各種の物理的性質および測定的基础としてさらに, 工学的な標準物質なども含めて供給するようになってきた。例えば, 臨床化学用標準, 核物質標準, メッキ厚み標準, ガラス粘度標準, 高分子材料の分子量標準, 熱的性質の標準, 光学的性質の標準, 放射能標準, Mossbauer 化学シフト標準, 冶金学的標準および動植物中の微量元素分析の標準などのように, 最近の科学技術の進歩ならびに社会的な要求に関連して各種の標準物質を調製, 市販するようになった。

金属関係の SRM の製造には, 委員会を作つて最適な製造方法を研究して結論を報告書にまとめ, これに従つて外部企業や軍関係に製造を依頼している。しかしもつとも手間のかかる切削, 粉碎, 混合, びん詰などの作業は同研究所で実施しており, このため特殊バイトなど工具に工夫を加え, 旋盤 2 台, 平削盤 2 台, エアハンマー 2 台, その他各種工作機械およびひょう量びん詰機 1 台, 自動ラベル貼付機 1 台 (200 枚/分) を設備し, 平均 1,000 本/日の試料を製造している。

通常, 鉄鋼は約 5 トンのインゴット素材を幅 45cm, 厚さ 15cm, 長さ 6m 程度に圧延し, インゴットのトップ側, ボトム側および中心部に相当する部分の組成的に不均一な部分をそれぞれ約 15% ずつ取り除き, 残りの部分について組成の均質さを発光分光分析やけい光 X 線分析で調査したのち, これを適当に切削あるいは切断して SRM として慎重に作製している。

NBS の表示分析値 (Average として表示, 1 元素について 2 方法以上による Average が表示されている場合は General という表示になっている) は, NBS や各製造会社および他の研究機関での分析結果を統計的に処理して決定したものである。

NBS の Analytical Chemistry Division は, Radiochem. Anal., Spectrochem. Anal., Electrochem. Anal., Microchem. Anal., Analytical Coordination Chem., Analytical Mass Spectrometry, Organic Chem., Activation Anal., Separation and Purification の 9 研究室に分かれており, 標準試料などの標準値を正確に決定するために, 分析方法の開発研究を行なうとともにその技術の保存に力を注いでいる。また, その高水準の技術を活かして NBS 研究所全体の依頼分析に応じるばかりでなく, 広く外部からの審判分析の要求にも答えている。

## 3.2 BAS

BAS (Bureau of Analysed Samples, Ltd) は, 鉄鋼標準試料を製造しているただ一つの会社で, イギリス中部 Middlesbrough の片田舎にある。Director である Mr. P. D. Ridsdale が先祖代々やつてきた事業を引き続いて現

在も製造を継続しているのである。個人経営の会社であるが Honorary Advisory Committee を設けてイギリスの各製鉄所や各種研究所より委員が 10 人選出され、6 か月に 1 回委員会を開催して種々のアドバイスを得ている。また Co-operating Analysts and Firms & C. という委員会があり、そこで標準分析法の研究や新鋼種の検討などを行ない、3 年に 1 回集まり、British Chemical Standards (Report) を発行している。

この委員会の構成は、つぎのようになっている。

- (1) Referee Analysts-Independent : 24 所
- (2) Government Departments : 5 所
- (3) Analysts representing Maker and User : 136 所

素材は、各製鉄所より買い上げて、切削を B A S の工場で行なっている。新鋼種製造の決定や価格の決定は、前述の委員会の意見は聴くが、ほとんど社内で決めている。前述の委員会に参加しているメンバー会社には、ものによっては切削とチェック分析を依頼することもある。また、標準値の決定については前述の委員会で決め、分析方法は一つの方法にこだわらずむしろ別の方法で分析した結果が一致した方が正しいという考え方で分析者に適当に選ばせている。

販売方法は、国内および海外とも直接本社へ申し込むか、あるいは、特定の商社を使つて販売している。価格は、手数料や送料のほかは国内、海外ともに同じである。

素材は、30~50 mm φ の丸棒に鍛造したものを提供してもらい、3 台のセーパーで切削して整粒、ふるい分けを行なっている。

### 3.3 BAM

BAM (Bundesanstalt für Materialprüfung) は、ベルリンの郊外にあり、国家の機関であるが、国家予算 (昭和 41 年の調査時点で 1,600 万~1,800 万 DM/年) の 25% を研究所自身の力で収入を得なくてはならない。しかし、ドイツの建築物のセメントブロックなどは使用前にこの検査を必ず受けなければならないので、その費用が収入になるし、鉄鋼標準試料もその収入源になつている。

標準試料の新鋼種製造は、ユーザー側の要望によるそうである。素材から鍛造、切削まで鉄鋼各社で行ない、無償で提供してもらつている。また、ドイツ鉄鋼協会 (V D E h) の協力を得てメーカー側との便宜をはかつていようである。

価格はドイツ国内および ECCS\* メンバー国内では、試料 100 g につき一律 DM 36 (約 3,300 円) であるが、注文製造の場合は、加工費として DM 6 (約 550 円) が追加される。外国 (ECCS 国内を除く) へは DM 60 (約 5,500 円) で輸出するが、ほかに包装費と送料が加算される。

最近では、ECCS の下部機構で、フランス、オランダ、イタリーなどととも共同実験を行ない、後述の IRSID の標準試料と共通番号をつけて“欧州分析標準試料 (EURO-Analysenkontrollproben)”としている。

### 3.4 IRSID

IRSID (Institut de Recherches de la Siderurgie) で鉄鋼標準試料を製造しているのは、パリより車で 1 時間位の郊外、Saint-Germain にある。ここでは、作業員 3 名、女子事務員 (販売) 1 名と Dr. Jaudon がその製造を担当している。

IRSID の標準試料の素材は、鉄鋼会社よりほとんど無償で提供を受けているが、鋼種、化学成分、価格などの決定は Dr. Jaudon の一存で決められている模様である。従つて特別の委員会を持つていない。しかし、以上の事柄は、昭和 41 年の情報であるので、現在では若干異なるかも知れない。

以下は、最新の情報によるものである。

Dr. Jaudon は、標準物質あるいは標準試料を、つぎのように定義している\*\*。

分析方法の評価、分析操作のチェック、二次標準試料の検量、新分析方法の開発および機器分析装置の標準化

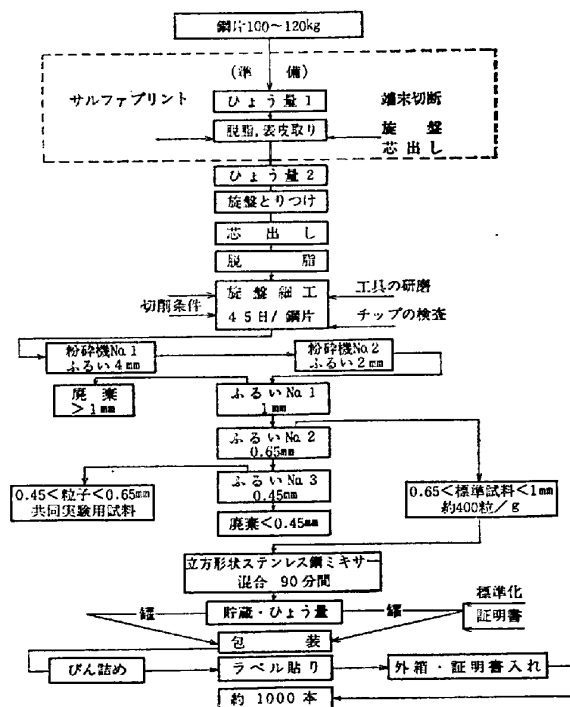


図 1 IRSID 標準試料 (化学分析用) の製造手順フローシート

\* European Community for Coal and Steel

\*\* Norme AFNOR NF A05-201, Mars 1969

E. JAUDON, Les Echantillons-Types Français en Sidérurgie. Chimie Analytique, 38, 195-200, Juin 1956

に主に使用する組成既知の均質物質を標準物質あるいは標準試料という。

IRSID では、鋼の標準試料は最初に 1953 年に製造し、続いてフェロアロイの標準試料を作り、1969 年から鉄鋼石(精鉱, 貧鉱), 焼結鉄, スラグ, 石灰石, ドロマイトなどの非金属標準試料も追加した。

これらの標準試料に加えて, IRSID では鋼の分光分析用の標準試料も製造している。この標準試料は, 証明書付きではないが, 機器分析の検量線作成には有用である。

### 3.4.1 調製

素材は, 工業製品(鋼, フェロアロイ, 焼結鉄, スラグ)あるいは天然物(鉱石)から採取する。

(1) 鋼標準試料(チップ状) 前もつて均質であることを確認した鋼片を旋盤にかけて小チップを切削し, 粉碎してふるい分け, 0.65~1mm の粒度(約 400 粒/g)に調製し, 立方体状ステンレス鋼製混合機で混合し, 標準値を決定したのち包装する。図 1 にそのフローシートを示す。

(2) フェロアロイ標準試料 素材を摩砕し, 分析標準に規定されているふるいを通して調製する。

(3) 非金属標準試料 必要な組成のもので, 貯蔵しても変質しない製品(約 120 kg)を選び, 乾燥して, 摩砕し最大 100 $\mu$  の粒径に調製して立方体状ステンレス鋼製混合機でじゆうぶん混合する。30 kg を 1 ロットとしてプラスチック袋に入れ, 金属缶中にシールして保管する。均質性は, けい光 X 線分析でチェックする。

(4) 分光分析用標準試料 鍛伸した素材(約 50 kg)の棒を切断して調製する。全体の棒間の均質性は分光分析で確認する。

### 3.4.2 標準値の決定

標準値は, Association Technique de la Siderurgie (ATS) に入会している数多くの分析室(生産者, 需要家, 公的機関)の共同実験で決められる。

(1) 鋼標準試料(チップ状) 16 の分析室が参加して行なわれる。1953 年から 1965 年までは, フランスのみの分析室で行なわれていたが, 1965 年からは ECCS の下部機構の中で, ベルギー(2), フランス(4), ドイツ(4), オランダ(2), イタリア(2), ルクセンブルグ(2)の 16 所で共同実験されることになった。各分析室は, 自身で選んだ方法で 1 成分当り, 少なくとも 4 個の独立測定値を求める, 表 4 には, その元素の濃度の函数として計算される室内許容差の計算式とその有効範囲を示す。

表 4 鋼成分分析の室内許容差

成分	許容差計算式	計算式の有効範囲(%)
C	$\pm(0.0072C\% + 0.0046)$	0.1~1.5
Si	$\pm(0.0058Si\% + 0.0088)$	>0.1
Mo	$\pm(0.013Mn\% + 0.0052)$	<2
P	$\pm(0.021P\% + 0.0013)$	<0.1
S	$\pm(0.03S\% + 0.001)$	<0.1
Cu	$\pm(0.034Cu\% + 0.0025)$	<0.1
Ni	$\pm(0.03Ni\% + 0.003)$	<0.3
Ni	$\pm(0.0046Ni\% + 0.022)$	合金成分(>0.4)
Cr	$\pm(0.083Cr\%)$	<0.2
Cr	$\pm(0.0032Cr\% + 0.0163)$	合金成分(<0.2)
Mo	$\pm 0.028Mo\%$	>3

表 5 非金属標準試料の標準偏差

成分	鉄鉱石および焼結鉄		高炉スラグ	
	含有率(%)	$\sigma$	含有率(%)	$\sigma$
Fe	24-66	0.13 -0.20	0.5 -0.6	0.13-0.14
Si	1-12	0.03 -0.10	15-17	0.14
Ca	1-18	0.12 -0.21	25-31	0.25-0.28
Al	0.3 -4	0.05-0.13	7-9	0.28-0.31
Ti	0.02-0.15	0.003-0.008	0.3 -0.4	0.17
Mg	0.3 -1.2	0.04 -0.09	2-6	0.17-0.24
F	0.02-0.90	0.004-0.027	0.10-0.12	0.011
Mn	0.02-2.60	0.004-0.015	0.4 -1.0	0.004-0.027
S	0.01-0.10	0.002-0.011	0. -0.8	0.036-0.045

(2) フェロアロイ標準試料 異なつた日に 2 個独立の分析ができる 45~50 の分析室で分析した値で標準値が決定される。

(3) 非金属標準試料 30 kg のロットから得られる 300 びんを通して, 一律に縮分された試料で, 25 分析室が参加してこの標準値決定が行なわれる。各分析室は, それぞれが選んだ方法を用いて独立 4 個の分析を行なう。80~100 個の独立した分析結果から平均値と標準偏差( $\sigma$ )を決定する(表 5 参照)。

(4) 分光分析用標準試料 分光分析用標準試料に最も適した値を決めるには, 30 分析所以上の参加を得て共同実験を行ない, つぎのような観察結果を基礎として決める。

ア) 化学分析の中央値と 12 所以上の値から決められた分光分析の中央値が同一である。

イ) 両者の偏差が当量である。

### 3.5 JSS

日本鉄鋼協会が一括領布している日本鉄鋼標準試料(Japanese Standards of Iron and Steel)……JSS と略……は, 鉄鋼標準試料委員会(大学, 公的研究機関, 鉄鋼製造会社代表の分析経験者によつて構成されている)によつて管理されている。

委員会の運営, 標準試料の製造方法ならびに標準値決定方法などは, 規定集にまとめられてあるので必要のある方は日本鉄鋼協会へ問い合わせられたい。また JSS の標準値一覧表もつねに日本鉄鋼協会に準備してあるので入用の方は申込まれたい。なお, 鉄鋼および耐熱超合金のけい光 X 線分析用標準試料は, 限定領布品で, すでに品切れになっているが, JIS G 1256-1973 鉄および鋼のけい光 X 線分析方法との関連が深いので, 日本鉄鋼協会にリース制度が設けられているので, 利用されたい。

## 3.6 その他

表 1 および 2 に示してあるように、前述の 5 か国の代表標準試料のほかにチェコスロバキアやスエーデンの標準試料が市販されている。また、アメリカの民間会社から市販されている数種の標準試料があるが、調査が不行届きであるのでここでは省略する。

## 第 19 回材料強度と破壊国内総合シンポジウム

共催：日本学術会議強度と破壊分科会，○日本機械学会，○日本金属学会，日本鉄鋼協会，  
日本材料学会，日本材料科学会，日本材料強度学会（○印幹事学会）

協賛：応用物理学会，ほか

時：昭和 49 年 4 月 1 日（月）9:25～17:20

場所：東京工業大学（東京都目黒区大岡山 電話 03-726-1111）

## Part I. 「新しいトピックス」シンポジウム

〈座長〉井村 徹

- |       |                               |       |       |
|-------|-------------------------------|-------|-------|
| 9:30  | 1. 転位構造と強度（主として超高压電子顕微鏡による研究） | 大阪大工  | 藤田 広志 |
| 10:10 | 2. 非晶質金属の強度と破壊                | 東北大金研 | 増本 健  |

## Part II. 「材料強度問題への新しいアプローチ」シンポジウム

〈座長〉中村正久

- |       |  |       |                    |
|-------|--|-------|--------------------|
| 10:55 | 3. 時間依存型破壊の運動論（動力学）                              | 東北大工  | 横堀 武夫              |
| 13:00 | 4. ミクロとマクロを結合した破壊力学                              | 東北大工  | 横堀 武夫・○亀井 浅道・鴻巣 真二 |
| 13:50 | 5. 時間依存型破壊の相互干渉問題へのアプローチ<br>（疲労とクリープの相互干渉・重被害など） | 東北大工  | 横堀 武夫・○市川 昌弘       |
| 14:40 | 6. 寿命のばらつきを考慮した切欠き材の重複疲労<br>における損傷則              | 電気通信大 | ○田中 栄・秋田 敏         |

## Part III. 「設計および材料開発に関する諸問題」シンポジウム

〈座長〉鶴戸口 英 善

- |       |                          |      |       |
|-------|--------------------------|------|-------|
| 15:20 | 7. 環境強度と破壊（おくれ破壊および腐食疲労） | 東大生研 | 北川 英夫 |
| 15:55 | 8. 高温破壊の金属組織学的機構         | 東工大工 | 田中 良平 |
| 16:35 | 9. 強力鋼の開発研究の話題           | 東大工  | 荒木 透  |

## 参加費無料

シンポジウム論文集 (Proceedings of 19th National Symposium on Fracture)

活版印刷 約 130 頁，1 部 1,000 円（3 月 15 日まで申込みの分は送料学会負担）がありますから、  
希望者は代金を添えて、3 月 15 日までに下記へお申し込み下さい。（以後は当日会場売り）

申込先 〒980 仙台市大町 1 丁目 1-13（東活ビル内）Tel. 仙台 (0222) 25-3098

日 本 金 属 学 会