

鉄鋼標準試料委員会ニュース

〔技術解説〕*

鋼中ガス分析用管理試料 (GS-2a, GS-3a, GS-4a) について

1. い き さ つ

日本鉄鋼標準試料委員会はこれまで酸素分析専用鋼として、JSS 181~185 を頒布してきたが、諸種の都合で製造中止のやむなきにいたつた。

この酸素分析専用鋼については、出来るだけ早い機会に製造再開できるよう努力を重ねる予定であるが、これとは別に鋼中ガス分析装置が常に最適分析条件に維持されていることを管理していく上で分析試料に類似した形態でしかも安価に使用できる試料の頒布が要望された。

当委員会では、この要望に応じて鋼中ガス分析用管理試料として GS-2a, GS-3a, GS-4a の 3 種を頒布することにした。

2. 製造方法概略

所定の酸素含有率を含む線径 5~6mmφ の線材コイルを一般製造工程中から選り出し (約 1000m)、これを直線機にかけて矯正し、2mごとに粗切断する。

一方の先端に通番を付し他の先端から偏析調査のための試料 (約 5cm) を取り、分析を行い、所定の許容差内の素材を抽出して 1本 23cm に仕上げ切断した後、洗浄脱脂し 8本/組として防錆包装した。

3. 素材選出基準ならびに偏析調査結果

委員会に所属する 11 分析所で、8社から提供された 8種の社内標準試料を用いて共同実験した結果から得た室内標準偏差の一次回帰式 $[0.01 \times (O_2) + 1.5 \text{ ppm}]$ から素材選出基準の許容差を求めた。また実際的に偏析調査結果は表 1 のとおりである。

4. 共同実験分析結果ならびに推奨値

管理試料ごとに 8本/組×3組をランダムに抽出して 2本ずつ 11 分析所に送付して各 2回ずつ分析した結果は一括してとりまとめると表 2 のようになる。

この結果から鋼中ガス分析用管理試料中の酸素含有率の推奨値を表 3 に示す。

5. 試料内偏析状況

GS-4a について C 面 (横断面) 及び L 面 (縦断面) における氧化物系介在物の分布状態を検鏡すると写真 1 のとおりである。

この写真から中心部は一般に大型介在物が多く、表面真下は比較的小型の介在物が不定に分布しているのがわかる。この試料を段削り (0.5mm ずつ) して分析した結果を図 1 に示す。この図から中心部及び表面直下部に酸素が比較的高含有率で存在していることが判断される。

このような結果から管理試料は表皮を除く程度 (0.1mm 程度) の表面研磨で分析供試料とすべできる。

6. 参考成分

これら 3 種の管理試料は、プロパー材から製造したも

表 1

| 管理試料記号 | 酸素平均値 (ppm) | 同標準偏差 (ppm) | 同許容差 (ppm) |
|--------|-------------|-------------|------------|
| GS-2a | 14.2 | 1.8 | ±4.5 |
| GS-3a | 42.2 | 2.0 | ±5.3 |
| GS-4a | 199 | 2.4 | ±9.7 |

(注) 酸素平均値及び同標準偏差は、管理試料毎に素材製造元 1カ所で 390 個の偏析調査試料を通番順に分析した値を解析して求めた値である。

表 2

| 管理試料記号 | GS-2a | GS-3a | GS-4a |
|-----------------------------|-------|-------|-------|
| 総平均 | 17.5 | 38.6 | 198.3 |
| 室内標準偏差 ($\hat{\sigma}_w$) | 1.3 | 1.0 | 1.8 |
| 室間標準偏差 ($\hat{\sigma}_x$) | 1.9 | 1.9 | 4.2 |
| 分析所数 | 11 | 11 | 11 |
| 繰返し分析数 | 4 | 4 | 4 |

表 3 酸素含有率の推奨値

| 管理試料記号 | 推奨値 (ppm) |
|--------|-----------|
| GS-2a | 17.5±3.8 |
| GS-3a | 38.6±3.8 |
| GS-4a | 198.3±8.4 |

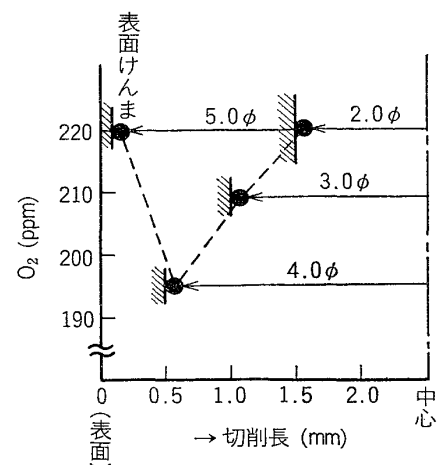
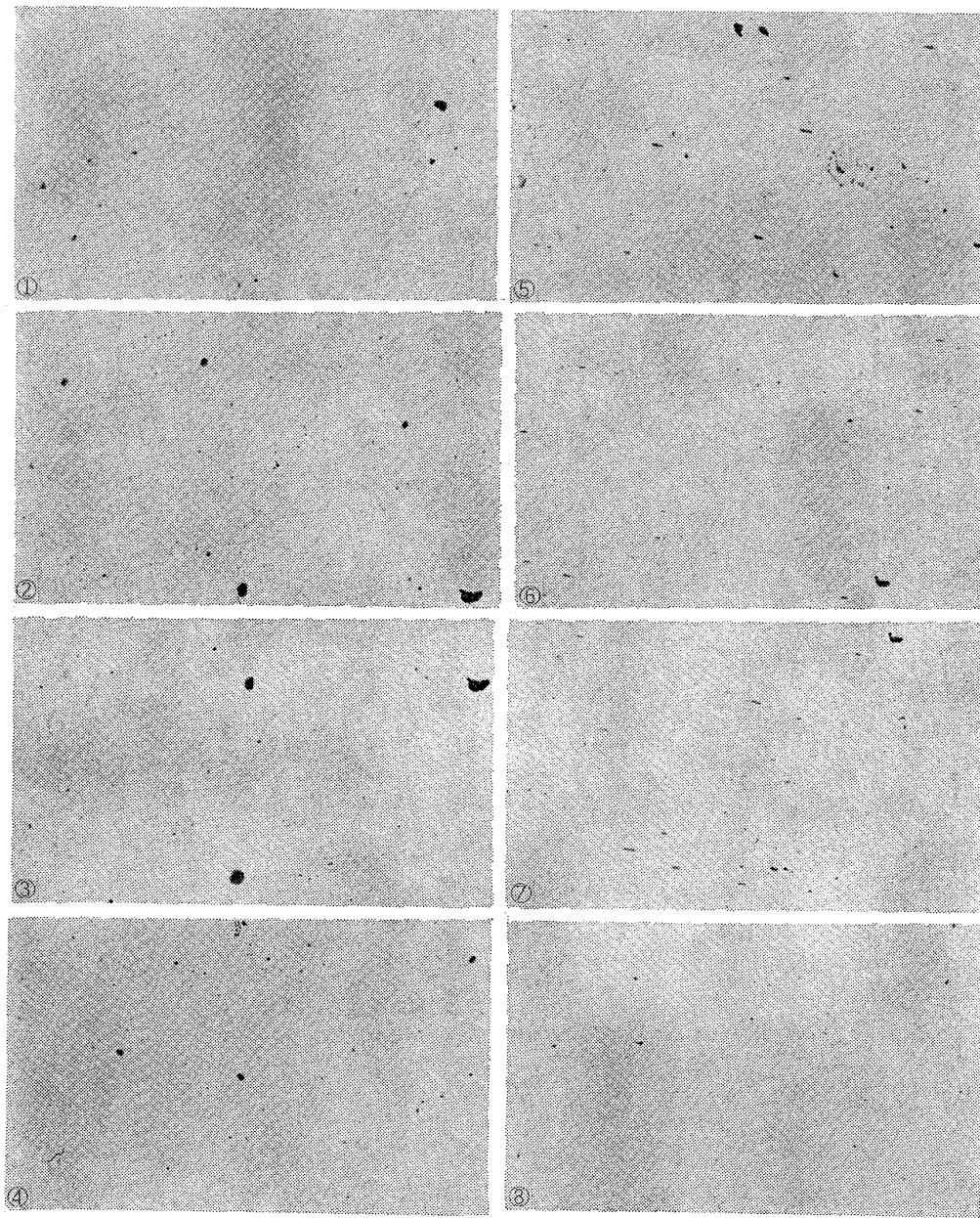


図 1 段削り酸素分析結果 (GS-4a)

のである。表 4 に酸素以外の他成分の含有率を記載する。

なお、表 4 中空素の含有率は、酸素と同様共同実験で求めた値である。窒素含有率を推奨値としなかつた理由は日本鉄鋼標準試料中には湿式化学分析法で求められた窒

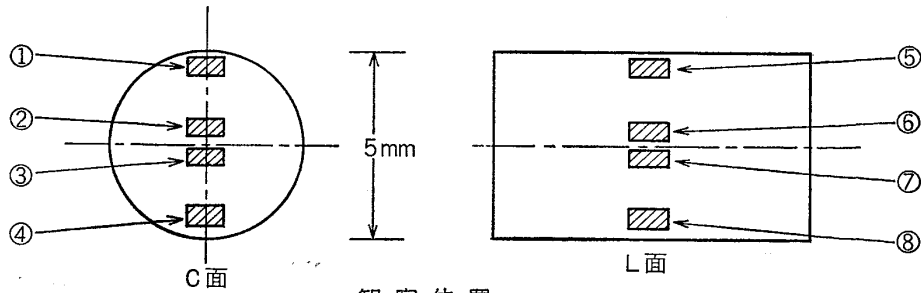
* 会告 N37 ページより続く



C 面

GS-4a

L 面



観察位置

写真1 酸化物系介在物の分布状態

表 4 参 考 成 分 含 有 率 (N 以 外 は %)

| 元 素 試料記号 | C | Si | Mn | P | S | Ni | Cr | Mo | Cu | Al | N (ppm) | |
|-------------|------|------|------|-------|-------|------|------|------|-------|-------|---------|--------|
| | | | | | | | | | | | 平均値 | 室間標準偏差 |
| GS-2a | 0.17 | 0.21 | 0.72 | 0.024 | 0.017 | 0.03 | 0.98 | 0.16 | <0.02 | 0.036 | 64.7 | 2.2 |
| GS-3a | 0.67 | 0.22 | 0.50 | 0.018 | 0.033 | — | 0.02 | — | — | 0.006 | 39.4 | 2.9 |
| GS-4a | 0.11 | 0.01 | 0.40 | 0.030 | 0.014 | 0.02 | 0.01 | — | 0.01 | 0.002 | 25.6 | 2.9 |

素標準値を表示した試料が数多くあるためである。窒素含有率は、乾式法(高温融解不活性ガス搬送熱導電率法)で求めた値である。

7. 使用上の注意事項

1) 試料調製時の研磨は、表皮を除く程度(0.1 mm 程度)とする。

2) 管理試料は、乾燥剤入りのデシケータ中に保存し錆が発生しないようにする。

3) 分析装置を管理する場合は、同一試料を2回繰り返し分析して求めた平均値を採用することを推奨する。

4) 表3に示した酸素含有率は、管理試料の推奨値であり、標準値ではない。したがって、他の方法(標準ガス導入法あるいは、標準試料を用いる方法など)によって、これら管理試料に対する較正値を決定して用いる必要がある。