

鉄鋼標準試料委員会ニュース

I 最近入庫試料

110-7	鋳物用1種1号A	¥ 8,500	(150 g)	
113-2	〃 3種1号B	〃	(150 g)	
172-5	微量元素5号	¥13,000	(150 g)	
151-8	低合金鋼	¥ 8,500	(150 g)	
651-9	SUS 304	¥10,500	(150 g)	
803-4	ハマスレー赤鉄鉱	¥ 8,500	100 g	
805-1	MBR 赤鉄鉱	〃	100 g	新製品
814-1	ペルー磁鉄鉱	〃	100 g	
820-2	ローブリバー褐鉄鉱	〃	70 g	
852-2	サベージリバー ペレット	〃	100 g	

表 2 素材の製造履歴

番号	鋼種	素材の寸法, 形状	製造履歴
650-8	SUS 430	150mm φ × 約700mm × 1本	電炉溶製-VOD 処理 10t 鋼塊の Middle 部
651-8	SUS 304	110mm φ × 約600mm × 2本	〃
652-8	SUS 316	150mm φ × 約700mm × 1本	〃
653-8	SUS 309S	90mm φ × 約1150mm × 1本	高周波炉溶製 100 kg 鋼塊の健全部
654-8	SUS 310S	150mm φ × 約700mm × 1本	電炉溶製-VOD 処理 10t 鋼塊の Middle 部
655-8	SUS 347	150mm φ × 約700mm × 1本	〃

II 技術解説

ステンレス鋼シリーズ A (機器用) について

1. まえがき

ステンレス鋼シリーズ A (機器分析用) として市販されていた日本鉄鋼標準試料 (JSS 650~655-7) が在庫切れとなつたため、あらたに JSS 650~655-8 として製造した。今回製造した標準試料シリーズは、前回までと同様に SUS 430, 304, 316, 309S, 310S, 347 の 6 鋼種で構成されているが、特長は、(1) C を低濃度域まで延長した (式来は下限が 0.047%), (2) S の濃度範囲を広くした (従来は 0.0035~0.0064%), (3) Al の標準値を確定したことであり、通常の実用分析範囲がカバーできるよう考慮された機器分析用のシリーズである。

表 1 にこの標準試料シリーズの化学組成を示す。なお、このシリーズの素材の製造は、(株)神戸製鋼所に依頼した。

2. 製造

2.1 鋼片の製造

鋼片の製造履歴は表 2 に示したとおりであるが、JSS 653 (SUS 310S) を除き、すべて電気炉溶製後 VOD (Vacuum Oxygen Decarborization) 処理した 10t 鋼塊の中央部から約 100 kg を採取して素材とした。また、JSS 653 は、100 kVA 高周波大型型溶解炉により 100 kg 鋼塊を溶製し、その Top 部約 20 kg と Bottom 部約 10 kg を切り捨てたものを素材とした。

各素材は表 2 に示した寸法に鍛造したのち、偏析試験に供した。

2.2 成分偏析試験

成分偏析試験は直径方向と長さ方向について行つた。直径方向の偏析試験は、表 2 に示した素材の両端面か

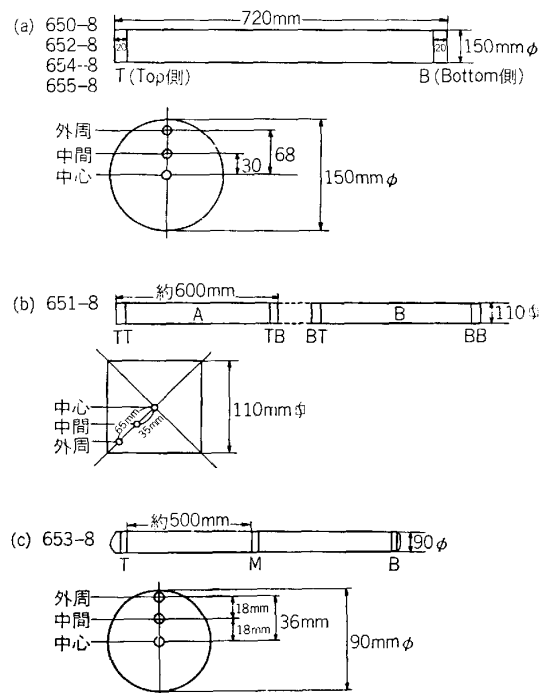


図 1 偏析試験用試料採取位置

ら図 1 に示した位置で試料を採取して行つた。ただし、JSS 653 については鋼片の Top, Middle および Bottom 部から、また JSS 651 については 2 本の鋼片の各両端面から試料を採取した。

その結果は図 2 に示したが、JSS 653, 654 には直径方向の顕著な成分偏析の傾向は認められない。しかし他の試料については成分偏析の傾向が認められ、とくに C の場合、中心部になるほど低値を示す傾向がある。また

表 1 ステンレス鋼シリーズ A (機器用) の化学組成 (%)

品名	成分	C Si Mn P S Cu Ni Cr Mo Co Al N Nb Ta													
		C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Co	Al	N	Nb	Ta
650-8	SUS 430	0.049	0.38	0.56	0.023	0.0023	0.024	0.29	16.79	0.043	0.028	(0.005)	0.0109		
651-8	SUS 304	0.013	0.42	1.73	0.035	0.0015	0.39	10.13	18.61	0.16	0.17	0.006	0.0169		
652-8	SUS 316	0.040	0.40	1.74	0.027	0.0033	0.14	11.17	16.82	2.13	0.22	0.006	0.0110		
653-8	SUS 309S	0.043	0.50	0.96	0.022	0.018	(0.004)	13.58	22.50	0.014	0.013	(0.002)	0.0326		
654-8	SUS 310S	0.050	0.38	1.72	0.023	0.0034	0.079	19.08	24.95	0.098	0.27	0.005	0.0198		
655-8	SUS 347	0.040	0.67	1.79	0.028	0.0054	0.12	9.40	17.47	0.098	0.21	0.018	0.0107	0.55	0.0007

() 参考値

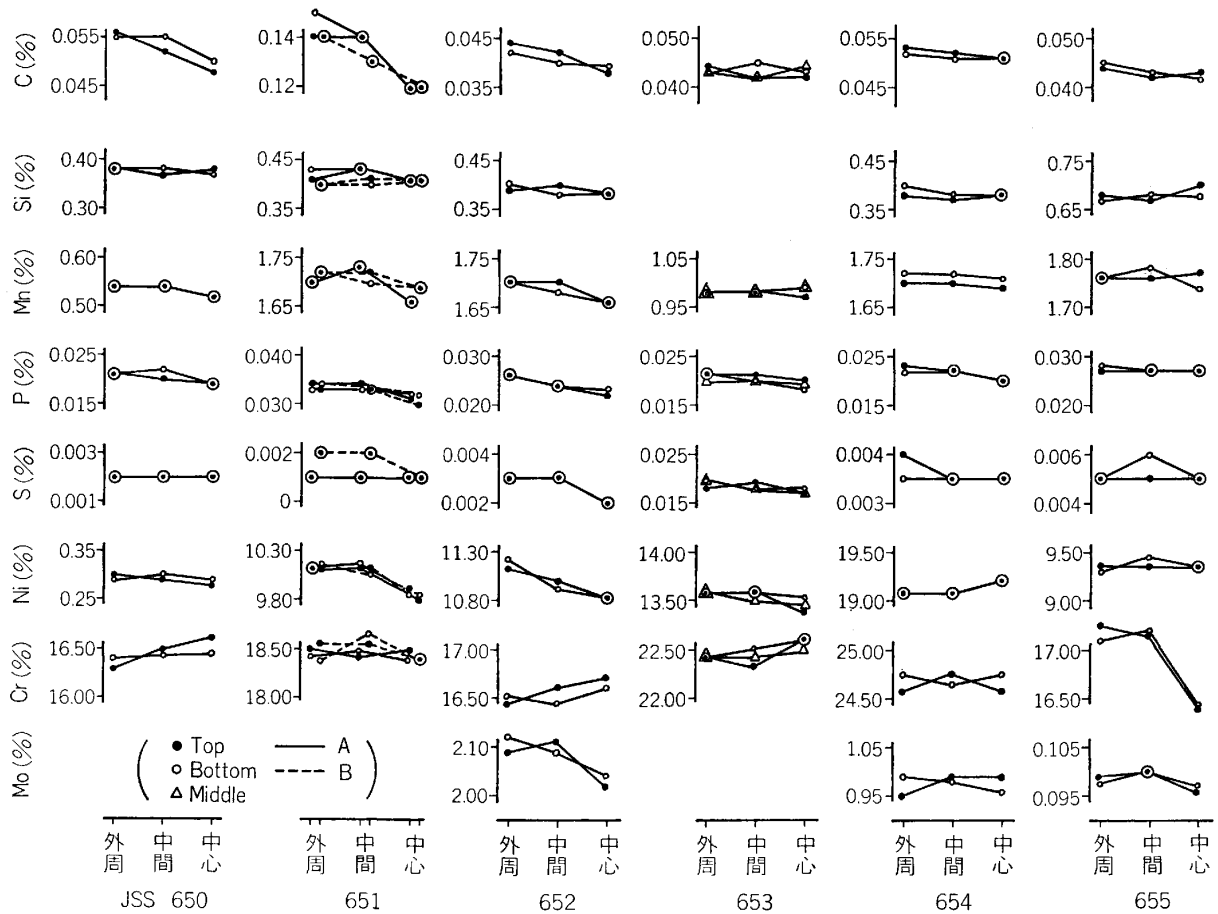


図2 直径方向の成分偏析調査結果

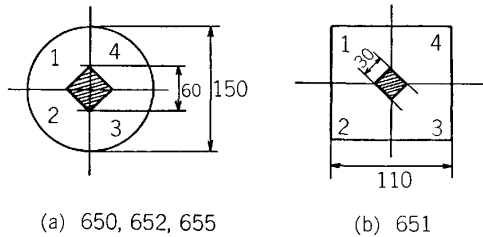


図3 切り除いた鋼片中心部の成分偏析部

JSS 652では、ほとんどの成分に中心部で低値を示す傾向がみられる。そこで、JSS 653, 654を除き、各鋼片を図3のように切断し、中心部を切り捨てることとした。

つぎに、長さ方向の成分偏析の調査は、各鋼片をさらに35mmφに鍛造したのち、700~1000mm間隔で試料を採取して行い、そのための分析をつぎの方法によつた。

- (1) 燃焼-赤外吸収法：C, S
- (2) 蛍光X線分析法：JSS 650, 654のSi, Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo, Co
- (3) 発光分光分析法：その他の試料, 成分

その結果を表3, 図4に示した。表3には各成分の偏析の状態を標準偏差で示したが、成分偏析と判断されるように標準偏差値は認められなかつた。図4には経験的に成分偏析が予測されるC, S, Crの成分について各位置の含有率を示したが、JSS 650のCの変動が少し大

表3 長さ方向の成分偏析調査結果：標準偏差(%)

成分	試料		JSS 650		JSS 651		JSS 652	
	n	σ	n	σ	n	σ	n	σ
C	11	0.0014	15	0.0005	11	0.0008		
Si	11	0.003	15	0.003	11	0.005		
Mn	11	0.013	15	0.007	11	0.015		
P	11	0.0007	15	0.0009	11	0.0012		
S	11	0.0000	15	0.0000	11	0.0000		
Cu	11	0.0007	15	0.005	11	0.000		
Ni	11	0.005	15	0.029	11	0.079		
Cr	11	0.048	15	0.042	11	0.016		
Mo	11	0.0006	15	0.000	11	0.021		
Co		—		—		—		
Nb		—		—		—		

成分	試料		JSS 653		JSS 654		JSS 655	
	n	σ	n	σ	n	σ	n	σ
C	12	0.0012	8	0.0005	11	0.0007		
Si	12	0.009	8	0.004	11	0.000		
Mn	12	0.007	8	0.006	11	0.007		
P	12	0.0012	8	0.0005	11	0.0005		
S	12	0.0004	8	0.0000	11	0.0000		
Cu	12	—	8	0.000	11	0.000		
Ni	12	0.068	8	0.024	11	0.014		
Cr	12	0.058	8	0.064	11	0.024		
Mo	12	—	8	0.000	11	0.000		
Co		—	8	0.005		—		
Nb		—		—	11	0.005		

きいことを除き、顕著な成分偏析の傾向は認められなかつた。

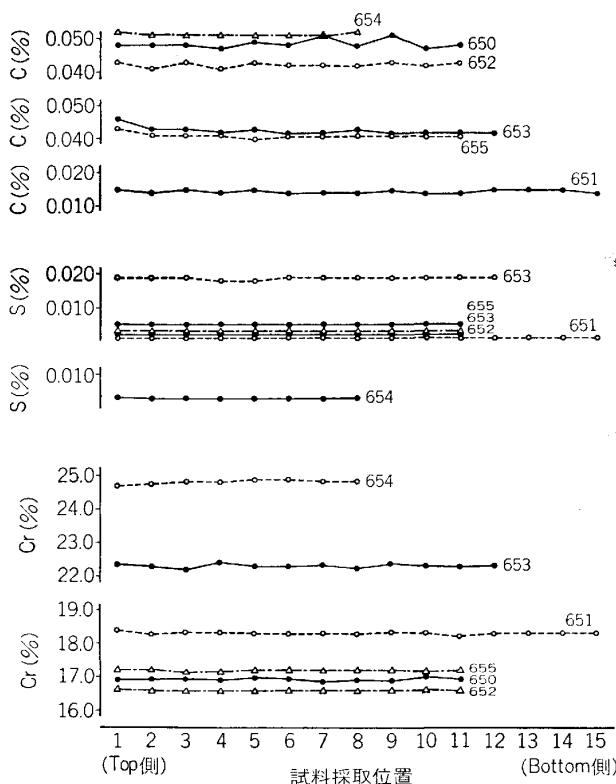


図 4 長さ方向の成分偏析の傾向

3. 標準値の決定

鉄鋼標準試料委員会規程内規・細則 7 に従って 10 分析所（東北大学金属材料研究所，科学技術庁金属材料技術研究所，新日本製鉄（株）室蘭製鉄所および光製鉄所，川崎製鉄（株）技術研究所，住友金属工業（株）中央技術研究所，（株）神戸製鋼所中央研究所，日本冶金工業（株）川崎製造所，大同特殊鋼（株）中央研究所，愛知製鋼（株）知多工場）で，おのおの独立 2 回分析した結果を解析し，標準値を決定した。（表 1）

4. 標準試料シリーズの利用法

機器分析用標準試料シリーズの利用分野は，現在のところほぼ発光分光分析法と蛍光 X 線分析法に限定されるが，ここでは A 社の蛍光 X 線分析法の日常分析用検量線係数の推定の過程で利用した一例を示す。

定量成分の蛍光 X 線強度は共存成分の吸収・強調効果により，共存成分の含有率に比例した影響を受けるので，この影響を除去するために補正を行う必要がある。ステンレス鋼のように構成成分の含有率が大きく変動する鋼種については，その補正は複雑になり，一般には二元系検量線を基準に補正係数を推定する方法が適用され

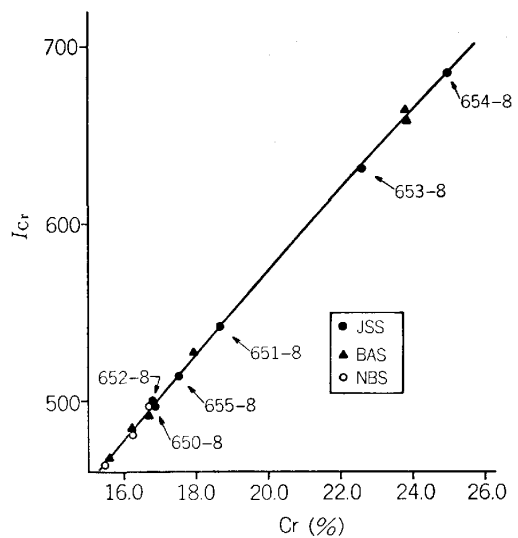


図 5 Cr の日常分析用検量線に対する各種市販標準試料の比較（蛍光 X 線分析法）

表 4 蛍光 X 線分析による日常分析用の検量線で本シリーズを分析したときの \bar{d} , σ_d の例

成分	Si	Mn	P	S	Cu*	Ni	Cr	Mo
\bar{d}	0.0017	-0.0083	-0.00017	0.00027	0.0036	-0.0400	0.0250	0.0122
σ_d	0.0069	0.0203	0.00121	0.00200	0.0031	0.0627	0.0138	0.0144

* JSS 653-8 は除く

ているが，ここでは A 社の自社製多元系標準試料で推定した検量線係数を用いて市販標準試料（JSS, NBS, BAS）を分析した結果を示す。図 5 には Cr についての市販標準試料のプロット結果を，表 4 には今回製造した JSS 650~655-8 の分析結果の \bar{d} , σ_d をそれぞれ示したが，いずれも信頼度の高い結果であることを示している。

機器分析法の場合，試料履歴に関連する組織の問題などのため，市販標準試料の適用が不可能なこともあるが，これらの問題を吟味しながら適用範囲を考慮すれば，検量段階における信頼度を高め，正確さの高い定量値を得ることが可能になる。

5. おわりに

本標準試料シリーズは，鋼塊内の成分偏析の問題について特別な配慮を加えた経緯もあり，十分に均一な成分のものとして提供できたと考えられる。また蛍光 X 線分析法の検量線係数の推定時の利用例で示したように，自社製標準試料に加えて利用することにより正確かつ高精度な分析結果を与えうる標準試料シリーズであるといえる。