

## 鉄鋼標準試料委員会ニュース

No. 59

## 技術解説

鋼中ガス分析用管理試料 JSS GS—6a  
—球形試料—

## 1. まえがき

従来から頒布してきている鋼中ガス分析用管理試料 GS-1c ( $46.0 \pm 3.8$  ppm), GS-2b ( $14.6 \pm 3.4$  ppm), GS-3b ( $38.5 \pm 2.4$  ppm), GS-5a ( $136 \pm 9$  ppm) は 5 mm  $\phi$   $\times$  230 mm (8本1組) の棒状であるために、分析前の試料調製は切断→表面研磨(研磨紙, やすり, あるいは電解等による)→洗浄の工程を経なければならないので手間がかかり、精度を悪くする要因を含んでいることから、鉄鋼標準試料委員会では下記のような目的で試料を製造した。

(1) 手間のかかる調製作業を必要としないで、しかも取扱いやすく一定形状(可能ならば質量が一定)の試料をつくる

(2) 高純度を指向する趨勢から、現在頒布しているものより、さらに酸素含有率の低いものをつくる

以下にその概略について解説する。なお、この球形試料は山陽特殊製鋼(株)で素材を製造し、日本精工(株)で球形に仕上げ加工したものである。

## 2. 製造概要

60ton電気炉溶解<sup>\*</sup> ⇒ RH脱ガス ⇒ 2.6ton鋼塊 ⇒ 圧延  
⇒ (4.5mm $\phi$ 線材) ⇒ 切断 ⇒ プレス ⇒ 熟処理 ⇒ 研削 ⇒  
ラッピング ⇒ 洗浄 ⇒ (1/4inch鋼球)

※素材の化学成分組成を表1に示す。

表1 素材の化学成分 (wt%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	Al
0.99	0.21	0.33	0.015	0.003	0.05	1.33	0.02	0.06	0.034

## 3. 推奨値決定までの経過

この球形試料は酸素含有率が 10 ppm 以下と非常に低いので酸素の定量方法自体にも種々の問題があり、まず分析技術レベルの把握から始めなければならなかった。推奨値決定までの経過を時系列的に以下に記す。

## 3.1 アンケート結果

鉄鋼標準試料委員会のメンバーの中でアンケート調査をした結果、メンバーの 80% が 10 ppm 以下の酸素含有試料を分析した実績を有しており、そのうちの 50% がフラックスとして Sn を使用していた。試料の前処理としては電解研磨 50%、金やすり研磨 25%、ペーパー研磨 25% であつた。そしていずれのメンバーも装置を最良の状態に調整し、空試験値を低位に安定させた後、信頼性の高い標準試料による検量線の作成およびチェックを行ってから、慎重に調製をした試料を分析する点で

は共通していた。

## 3.2 予備実験結果

取扱いやすい形状の試料を得るため一般商用鋼から商業ベースの生産ラインで製造加工されたものを使わざるを得ないので、従来通りの鋼中ガス分析管理試料の製造方法および偏析調査方法をそのまま踏襲することは不可能であり、別の手法を検討しなければならなかった。

素性の知れた素材から精密に仕上げ加工された鋼球を大量に採取し、JIS Z 9003「計量規準型一回抜取検査」に従って偏析の有無を調査することにした。本法で偏析の無いことを確認した試料を用いて予備実験を行った結果、室内精度、室間精度とも良好な結果が得られた。

## 3.3 試料の経時変化

試料の変質を防止するために鋼球表面に防錆油を塗布してあるが、長時間効果が持続できるものかどうか疑問であつたので調査を行った。その結果、1年6カ月経過後も変質は認められなかった。ただし、開封状態で長期間放置した場合は防錆油の効果はなくなり変質することがわかつた。表2に18カ月間試料を密封したまま、開封放置した場合の調査結果を示した。

表2 試料の保管状態による酸素分析値の変化 (ppm)

試料保管状態	平均値	標準偏差	範囲
密 封	5.20	0.07	0.2
開 封	6.00	0.92	2.0

## 3.4 推奨値の決定

3.1~3.3 までの予備調査結果に基づいて調製された球形試料について並行5回、独立2回の分析を行い、推奨値を決定することにした。

## 4. 分析条件の技術的解説

JSS GS-6a はこれまでに頒布されている鋼中ガス分析用管理試料と比較すると、形状および酸素含有率が異なつているので、その取扱いには十分気をつけなければならない。

## 4.1 試料の取扱いについて

(1) 試料は直径 6.35 mm (1/4 inch) の球形(質量は 1.04 g で一定)で、その表面には防錆油を塗布してあるので分析前にフロン系の溶剤(例:  $\text{CCl}_2\text{F}-\text{CClF}_2/\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ )の新液で3回以上超音波洗浄して防錆油を除き、乾燥後直ちに質量を測定して分析しなければならない。(その他の処理は一切しない)。

(2) 超音波洗浄後の試料は、すべて清浄なピンセットで取り扱い、手指が触れないように注意し、なるべく早く酸素分析装置内に入れ、真空または不活性ガス雰囲気中に保つようしなければならない。

(3) 試料の保管は、防錆油が乾かないように必要時以外は必ず容器を密封しておかなければならない。

## 4.2 分析操作上の注意

## 4.2.1 ブランクの低減

この試料は酸素含有率が非常に低いので、分析前の装置の状態を最良の状態にしておくのはもちろんのこと、るつぼの脱ガスを十分に行つてブランクをできるだけ低減しておかなければならない。例えば次のような方法で行うことを推奨する。

(1) るつぼの脱ガスは装置の出力をフルパワーにして60~90sを2回以上繰り返し行う。フラックスにSnを使用する場合はフラックスを共存させた状態で脱ガスを行う。

(2) 装置によつては二重るつぼの使用を推奨する。

(3) るつぼはできるだけ新しいものを使用し、使用前までデシケーター中に保管しておく。

(4) He(キャリアーガス)は可能であれば精製したものをを用いることを勧める。

(精製法)還元 Cu→アスカライト→アンハイドロン

## 4.2.2 出力の安定化

分析時のスタートと終了のベースラインが比較的一定となる出力パターンであることを確認する。

## 5. 推奨値および分析精度

4.1に準拠して調製した試料、および4.2に準拠して最良の状態にした装置を用いて、鉄鋼標準試料委員会のメンバーで実験を行つた結果は表3のとおりである。

ただし、定量は酸素含有量既知の試料による4点以上の検量線方式とし、酸素含有量既知試料の中にはJSS GS-2b, JSS GS-3b および予備実験に用いた試料を含ませた。

表3 JSS GS-6aの酸素分析成績(ppm)

推奨値	平均値	室内平行精度	室間繰返精度	室間精度
3.4	3.441	0.270	0.238	0.288

## 国際超電導シンポジウム論文募集

- 主催 国際超電導産業技術研究センター
- 後援 日本鉄鋼協会
- 日程 昭和63年8月29~31日(3日間)
- 場所 名古屋市中心企業振興会館(愛知県)
- スケジュール  
第1日 8月29日 10:00~17:00  
第2日 8月30日 9:00~17:00  
第3日 8月31日 9:00~18:00
- プログラム  
超電導材料の合成:バルクおよび薄膜加工プロセス:システム  
招待講演,一般講演(ポスター発表)およびパネルディスカッション
- 参加料 30,000円
- 問合せ,申し込み先  
〒105 東京都港区新橋五丁目34番3号  
栄進開発ビル6階  
(財)国際超電導産業技術研究センター  
TEL. 03-431-4002(代表)

## シンポジウム「イオン注入による材料の表面改質」

- 主催 日本学術会議金属工学研究連絡委員会
- 共催 日本鉄鋼協会
- 日時 昭和63年5月20日(金)10:00~17:15
- 場所 主婦会館(JR線四ツ谷駅前)  
Tel 03-265-8111
- 次第  
10:10~ イオン注入と材料革命  
岩木 正哉(理研)  
10:50~ イオン注入の基礎理論  
藤本 文範(東大)  
13:00~ 最近の研究動向 齊藤 一男(金材技研)  
14:00~ 大型イオン源とその応用  
佐藤 忠(日立研)  
15:15~ 金属材料へのイオン注入  
大久保尚武(新日鉄)  
16:15~ セラミックスへのイオン注入  
日置 辰視(豊田中研)
- 聴講無料 先着200名まで
- 問合せ 日本学術会議事務局  
電話 東京(03)403-6291(代)