

本頁は 2001. 6. 6 日付で登録区分、
変更する。

[技術情報室]

ステンレス鋼の分析 (II)

ステンレス鋼標準試料 (SS1~8) の製作とけい光X線分析
の検討

Analysis of Stainless Steel (II)

Preparation of Stainless Steel Standards (SS1~8) and
Some Investigations on Fluorescent X-ray Spectrochemical
Analysis.

1980年1月

動力炉・核燃料開発事業団

東海事業所

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合は、下記にお問い合わせください。

〒319-1184 茨城県那珂郡東海村大字村松4番地49
核燃料サイクル開発機構
技術展開部 技術協力課

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to:
Technical Cooperation Section,
Technology Management Division,
Japan Nuclear Cycle Development Institute
4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki, 319-1184
Japan

布

© 核燃料サイクル開発機構 (Japan Nuclear Cycle Development Institute)
2001

SN841-80-04

1980年1月26日



ステンレス鋼の分析 (II)

ステンレス鋼標準試料 (SS1~8) の製作とけい光X線分析の検討

Analysis of Stainless Steel (II)

Preparation of Stainless Steel Standards (SS1~8) and Some Investigations on Fluorescent X-ray Spectrochemical Analysis.

実施責任者 栢 明
報告者 大内 義房, 梁木 政直, 岡本 文敏
曾根 徹, 桧山 敬, 大津 幹夫
酒井 文明, 田山 敏光
兼子 潤, 秋山 繁夫

期 間 1975年5月 ~ 1979年10月

目 的

ステンレス鋼の迅速分析をはかるため SUS-316 標準試料の製作とけい光X線分析法の確立。

要 旨

高速増殖炉の燃料被覆管材等に用いられるステンレス鋼 (SUS-316) の品質管理分析および受入分析等に関して合金元素および不純物元素の分析が必要となり, けい光X線分析を利用して分析精度の向上および迅速分析を図るため, 機器分析に必要な標準試料を製作した。

この標準試料の均一度試験および共同分析を実施し, 標準試料の表示値を決定した。また, この標準試料を用いて, けい光X線分析法に適用するための検討を行ない満足すべき結果を得た。

目 次

1. ま え が き	1
2. 製 作	2
2-1. SUS-316 標準試料の製作計画	2
2-2. 製 造 工 程	5
2-3. 分析試料の採取位置	7
3. 標準試料の表示値決定	9
3-1. 偏析試験結果	9
3-2. 均一性試験結果	9
3-3. 共同分析にもちいた分析方法	52
3-4. 共同分析結果と表示値	54
4. 機器分析への適用	64
4-1. けい光X線分析法	66
5. 結 び	70
6. 参 考 文 献	71
7. 付 録	72
7-1. マルエージング鋼社内標準試料の製作	72

1. ま え が き

動燃事業団が進めている高速増殖炉の燃料被覆管、ラッパ管などの炉材料として使用される SUS-316 材の分析においては、分析の迅速化をはかる為にけい光 X 線分析法を活用することが得策である。このけい光 X 線分析を利用するには標準試料系列が必要となります。

現在、ステンレス鋼標準試料としては国内では日本鉄鋼協会から「ステンレス鋼シリーズ」が、国外では NBS より一般に市販されているが、種類が少く、しかも高速炉材料の化学成分の規格値に対して濃度範囲も異っており、適用範囲が制限される。

我々は実用の立場から、信頼性の高い社内標準試料を製作し、測定値の正確さ、精度を向上させるため、SUS-316 社内標準試料(I)および(II)を2回に分けて製作した。最初に製作した SS-1~4 試料は Ni, Cr, Mo, Mn, Si 等 17 元素について濃度を変化させた 4 段階の標準試料系列を製作した。

つぎに製作した SS-5~8 試料は Ni, Cr, Mo, Mn, Si の濃度を一定範囲とし、前回添加しなかった Zr, Ta, As など 10 元素の濃度を変化させた 4 段階の標準試料系列を製作した。

製作は神戸製鋼所中央研究所に依頼し、高周波真空溶解法によって行ない、何ら技術的な問題もなく均一性に優れた標準試料を製作した。

表示値決定にあたっては住友金属工業(株)中央技術研究所、(株)神戸製鋼所中央研究所と動燃技術部分析課の三社で発足させている三社分析技術研究会で共同分析を行い表示値を決定した。また、この標準試料をもちいて、けい光 X 線分析に適用するため、分析方法、測定条件の検討を実施し、機器分析用標準試料として充分使用できることがわかった。

2. 製 作

標準試料の製作にあたっては、高度な技術と特殊な設備を必要とし、国内では最も経験と実績があり、ステンレス鋼合金を工業的に生産し、動燃に多くの納入実績もあり、また過去に炉材料委員会の標準試料を製作した経験もある㈱神戸製鋼所中央研究所に製作を依頼し、高周波真空溶解法によって製作した。

2-1. SUS-316 標準試料の製作計画

高速増殖炉の燃料被覆管、端栓材およびラップ管などに使用される SUS-316 は核特性、金属学的特性、冶金法などから化学的成分の規格値が定められている。表-1 は FBR 燃料被覆管（常陽 MK-II）の仕様例である。規格値のうち主成分である Ni, Cr, Mo, Mn と C, P, B は上限、下限が定められており、他の不純物元素は許容最大量が定められている。また機器分析用の標準試料として適用するときの測定範囲の問題、各元素の化学的性質による製作時の技術上の問題等を考慮して、表-2 および表-3 に示すような製作目標値を定め、下記のような製作計画で㈱神戸製鋼所中央研究所に製作を依頼した。

表-1. 常陽 MK-II 用被覆管の化学成分と規格値

化学成分	規 格 値 (%)	化学成分	規 格 値 (%)
C	0.035 ~ 0.064	Al	≤0.050
Si	≤0.75	B	0.0005 ~ 0.0030
Mn	1.50 ~ 2.00	N	≤0.010
P	0.015 ~ 0.035	Cu	≤0.20
S	≤0.010	Ti	≤0.10
Ni	13.00 ~ 14.00	V	≤0.20
Cr	16.00 ~ 18.00	Ta+Nb	≤0.050
Mo	2.00 ~ 3.00	As	≤0.030
Co	≤0.10		

表-2. 標準試料製作目標値 (SS1~4)

成分元素	標準の名称と組成 (%)			
	SS-1	SS-2	SS-3	SS-4
C	0.035 ~ 0.064			
Si	Tr	0.5	1.0	1.5
Mn	1.0	1.5	2.0	2.5
P	0.020 ~ 0.030			
S	0.005 ~ 0.01			
Ni	15.0	13.0	11.0	9.0
Cr	15.0	17.0	19.0	21.0
Mo	4.0	3.0	2.0	1.0
Co	Tr	0.05	0.10	0.20
N	0.005 ~ 0.01			
B	0.001 ~ 0.0015			
Ti	Tr	0.05	0.10	0.20
V	Tr	0.05	0.15	0.30
Nb	Tr	0.025	0.05	0.10
As	0.001 ~ 0.01			
Al	Tr	0.025	0.05	0.10
Cu	Tr	0.10	0.20	0.40
O	0.003 ~ 0.008			
Fe	Balance			

表-3. 標準試料製作目標値 (SS5~8)

成分元素	標準の名称と組成 (%)			
	SS-5	SS-6	SS-7	SS-8
C	0.03	0.06	0.09	0.12
Si	0.4 ~ 0.7			
Mn	1.5 ~ 2.0			
P	0.01	0.02	0.03	0.04
S	0.005	0.01	0.02	0.03
Ni	13.0 ~ 14.0			
Cr	17.0 ~ 18.0			
Mo	2.0 ~ 3.0			
N	0.005	0.01	0.02	0.03
B	0.0005	0.001	0.002	0.003
As	0.005	0.01	0.02	0.03
Zr	0.005	0.02	0.04	0.08
Ta	0.001	0.004	0.008	0.012
Sn	0.005	0.01	0.02	0.03
W	0.005	0.01	0.02	0.03
O	0.008		0.007	
Fe	Balance			

1) 概要

本合金はSUS-316系合金として不純物元素を添加し、その濃度を变化させた4種類の合金試料を製作する。また製作は2回に分けて行った。

2) 形状および数量

(1) けい光X線分析およびガス分析用試料

重量 : 25Kg / 1試料 × 4種類, 合計100Kg

形状 : 直径40mm, 長さ300mm × 5個

(2) 化学分析用試料

指定した位置から約100mg以下のチップ状に切削した試料を各位置(図-1, 図-2)より各4Kg採取する。

(3) 品質試験法の指定

品質試験および均一度試験の方法, 採取位置等を指定し, 実施する。

3) 試料の名称および番号

本合金シリーズはSSと称し、最初に製作した製品に対してSS-1, SS-2, SS-3およびSS-4とし、つぎに製作した製品に対してSS-5, SS-6, SS-7およびSS-8とし、製品に刻印する。

4) 合金および不純物添加元素および量

合金元素のNi, Cr, Mo, Mn, Si等に不純物元素を添加し、合金組成目標値の濃度が得られるよう調整する。

5) 製作期間

(1) 第1回製作 (SS1~4 試料)

昭和50年5月 ~ 52年10月

(2) 第2回製作 (SS5~8 試料)

昭和52年7月 ~ 54年10月

2-2 製造工程

試料の製作は第1回 (S. 50年5月) と第2回 (S. 52年7月) に分けて行ない、いずれも(株)神戸製鋼所中央研究所に依頼した。

1) 使用原料

原料として電解鉄, 電解クロム, 電解ニッケル, 金属けい素などを使用し、表-4および表-5に示すような配合を行った。

2) 溶解

溶解は100 kVA 高周波真空溶解炉 (日本真空技術(株)) を用いて行った。本試料材の溶解に先だち電解鉄により炉中の洗浄を2回行った後、溶解を行った。溶解温度は約1600℃で原料装入時より出鋼までの所要時間は約2.5 hで溶湯を真空モールド室のダクタイル鋳鉄製鑄型に造塊し、下図の示すインゴットを作製した。

◎ インゴットの形状

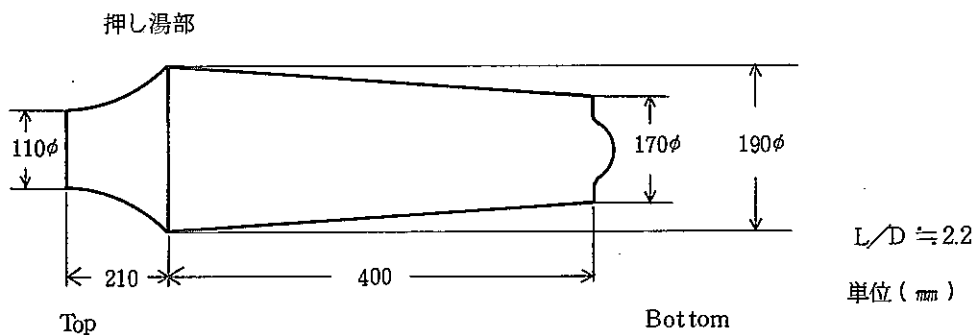


表-4. 原料配合表 (第1回)

単位 (kg)

使用原料	SS-1	SS-2	SS-3	SS-4
電解 Fe	34,411	32,213	30,022	27,554
Fe-C: 435% C	1,030	1,030	0.977	1,030
金属-Si: 99.03% Si	—	0.252	0.505	0.752
電解-Mn: 100% Mn	0.500	0.750	1,000	1,250
Fe-P: 275 % P	0.045	0.045	0.045	0.045
Fe-S: 19.76% S	0.005	0.005	0.011	0.005
電解-Cu: 100% Cu	—	0.050	0.100	0.200
電解-Ni: 100% Ni	4,500	5,500	6,500	7,500
電解-Cr: 99.97% Cr	7,500	8,500	9,576	10,500
Mo : 99.94% Mo	2,000	1,500	1,000	0.500
金属-Co: 99.96% Co	—	0.025	0.050	0.100
Fe-B: 19.66% B	0.044	0.004	0.002	0.004
金属-Ti: 100% Ti	—	0.033	0.050	0.120
Fe-V: 52.84% V	—	0.047	0.095	0.284
Fe-Nb: 70.83% Nb	—	0.021	0.037	0.092
As : 100% As	0.005	0.004	0.035	0.004
Al : 100% Al	—	0.021	0.265	0.060

表-5. 原料配合表 (第2回)

単位 (kg)

使用原料	SS-5	SS-6	SS-7	SS-8
電解 Fe	57,452	56,600	55,696	54,759
Fe-C: 432% C	0.852	0.852	0.852	0.876
Fe-C: 3.62% C	0.762	1.525	2.287	3.050
金属-Si: 98.6 % Si	0.467	0.467	0.467	0.467
電解-Mn: 99.96% Mn	1.565	1.430	1.295	1.122
電解-Mn: 93.46% Mn	—	0.141	0.283	0.495
Fe-P: 264 % P	0.025	0.059	0.094	0.127
Fe-S: 51.08% S	—	0.010	0.029	0.043
電解-Ni: 99.97% Ni	12,424	12,424	12,424	12,424
電解-Cr: 99.70% Cr	16,148	16,148	16,148	16,148
Mo : 99.96% Mo	2,301	2,301	2,301	2,301
Fe-B: 19.66% B	—	0.0061	0.010	0.016
As : 99.9 % As	—	0.0092	0.0184	0.028
Zr : 99.5 % Zr	0.0065	0.020	0.0368	0.074
Ta : 99.5 % Ta	—	0.0037	0.007	0.012
Sn : 99.9 % Sn	—	0.0092	0.0184	0.0276
W : 99.93% W	—	0.0092	0.0184	0.0276

3) 鍛造

(1) 熱処理

大型ガス炉を用いて、試験材が直接熱源に触れないようにしてマッフル中に入れ、
1150～1200℃で6時間拡散焼鈍を行った。

(2) 皮削

鋼塊表面の酸化スケール及び錆肌表の気泡等を除去するため表面約5mmの施削を行った。

(3) 鍛造

鍛造温度1150℃～900℃、打上げ温度870℃以上でベッヘ型1/2ton 空気ハンマーを用い、1回5mmの鍛圧量でタップ鍛造を行い、鋼塊径を約100mmφに鍛造後Top側から約300mm Bottom側から約200mmの不良部を切断除去し、さらに鍛造をくり返し、径50mmφ長さ約1000mm×3本/1種類、約700mm×1本/1種類をそれぞれ4種類作製した。

2-3. 分析試料の採取位置

分析試料は図-1および図-2に示す位置から採取した。鋸盤を用いて切断したのち、表皮を約5mm旋盤で切削除去し、機器分析試料については表面仕上げを行い、径40mmφ、長さ300mmの丸棒を製作した。化学分析用の切粉試料は表皮を約5mm切削したのち、ミイリングによりチップ状のものを各採取位置より、SS1～4は各々1Kg、SS5～8は各々4Kgを採取した。

標準試料の製作にあたっては正確な表示値と同時に試料の均一性が要求されるので、けい光X線分析による偏析試験用として図-1および図-2に示す位置より試料を採取した。さらに均一性をより詳細に確認するため、SS1～4およびSS5～8の各々から図-1、2に示すSS1-3およびSS5-3の位置をさらに図-3に示すように10等分して、けい光X線分析法によって均一度試験を実施した。

図-1 分析試料の採取位置 (SS1~4)

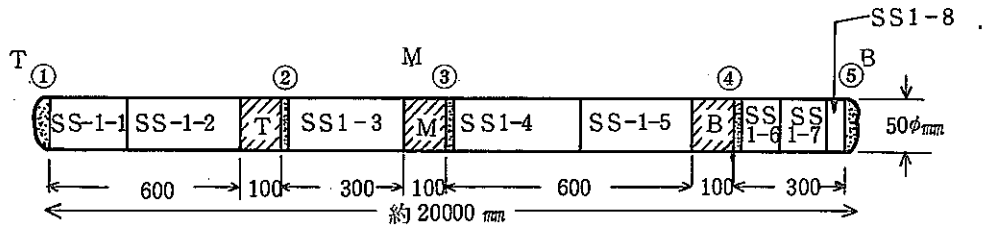


図-2 分析試料の採取位置 (SS5~8)

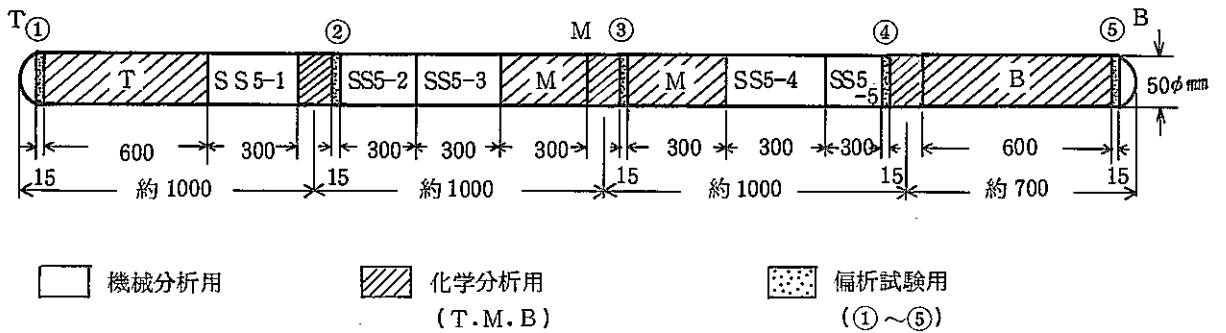
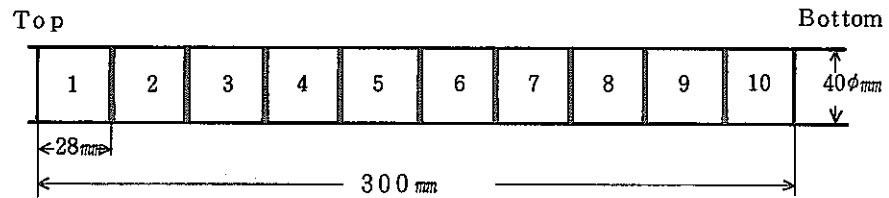


図-3 均一度試験用試料 (SS1-3およびSS5-3の位置, 以下同位置)

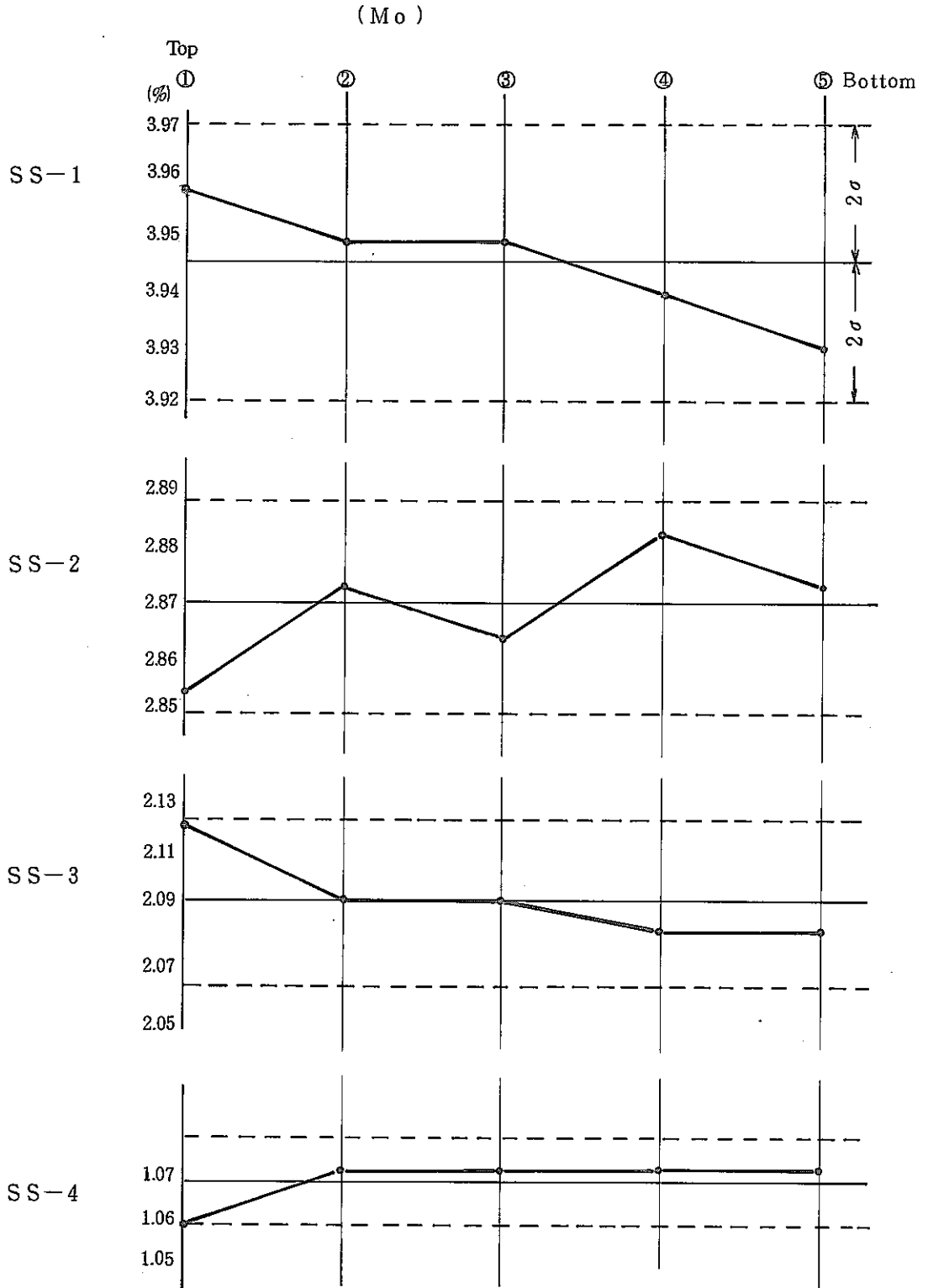


3. 標準試料の表示値決定

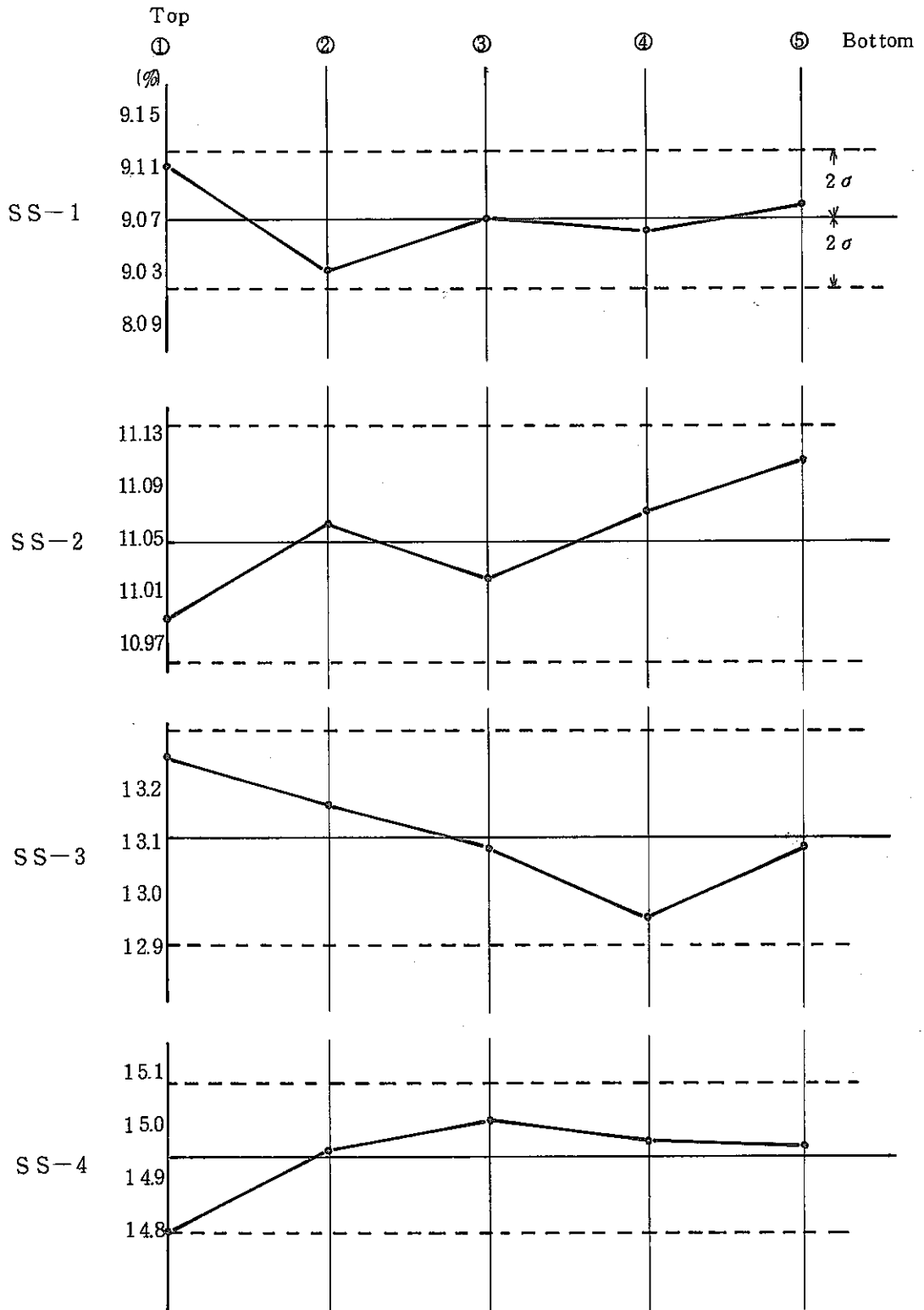
3-1 偏析試験結果

製作した標準試料について、まず偏析試験を実施し、均一性について確認した。偏析試験は試料を製作した㈱神戸製鋼所中央研究所が実施した。図-1、および図-2に示す位置(①～⑤)をけい光X線分析法によって試験し、その結果の一部を図-4および5に示した。偏析試験による偏析の尺度を炉材料委員会等でも採用している、得られた値の $\pm 3\sigma$ を基準とする方法を採用した。神鋼での結果は $\pm 2\sigma$ 内にあり、偏析の少ない試料であることを確認できた。

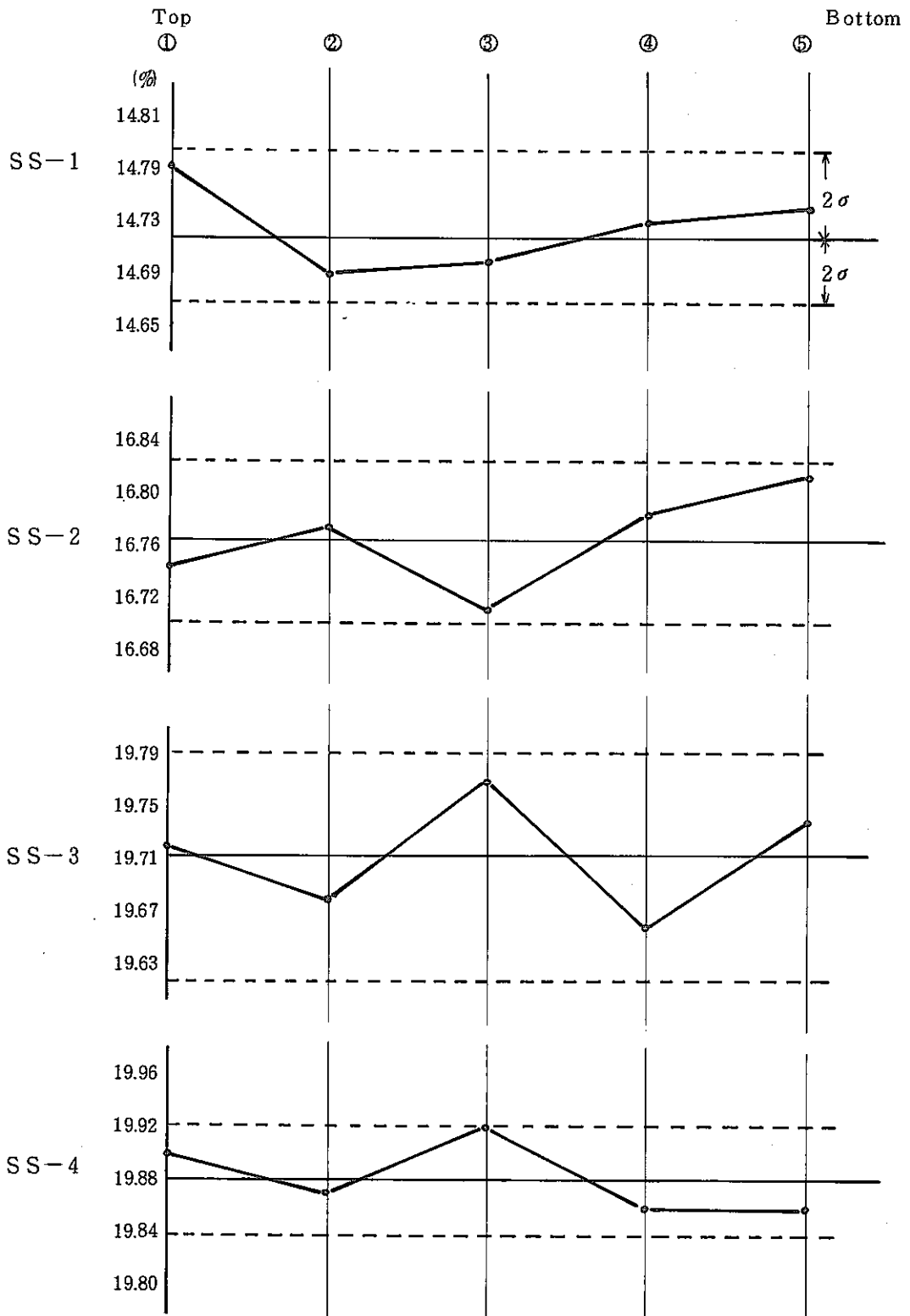
圖-4 偏析試驗結果(SS1~4)



(Ni)



(Cr)



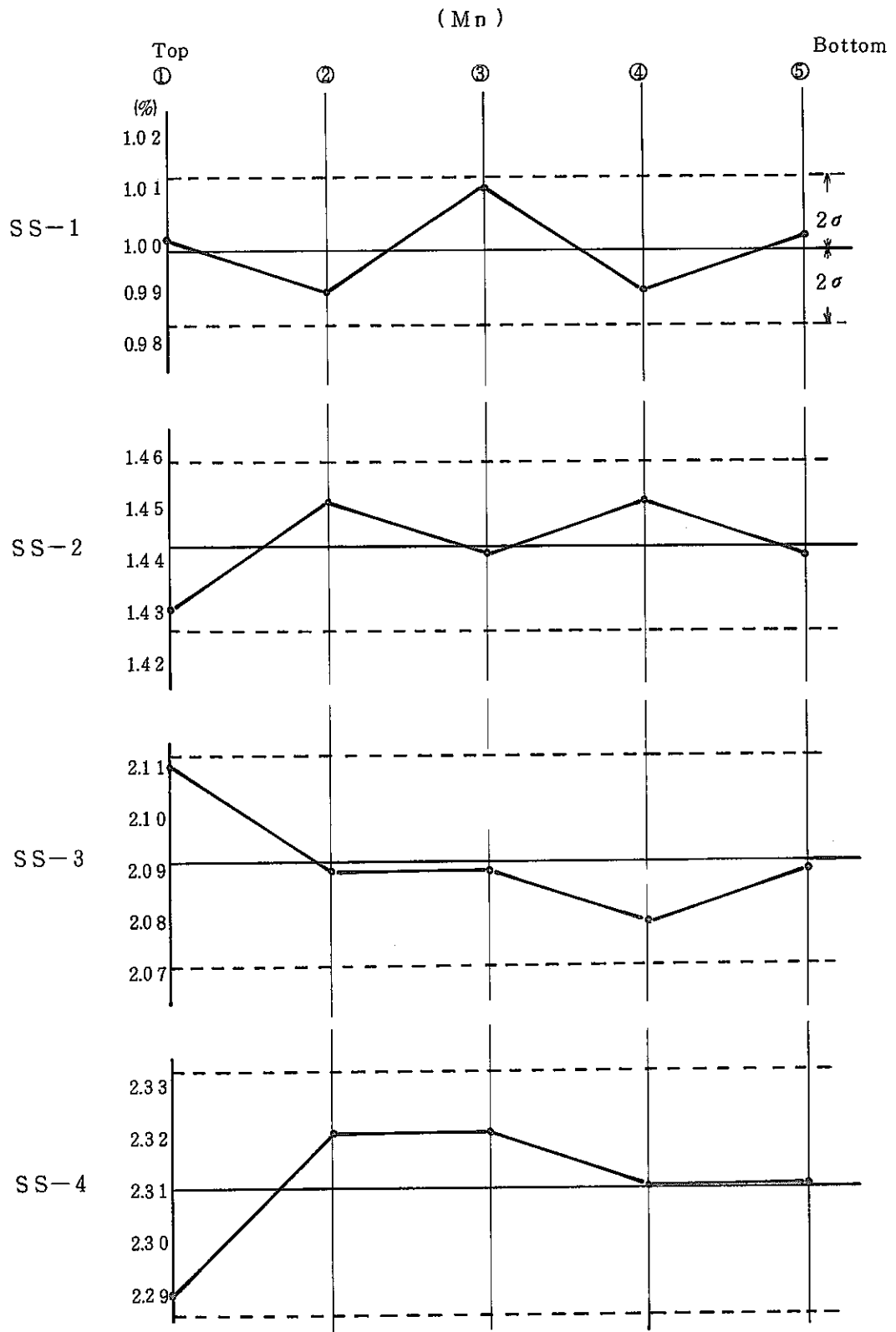
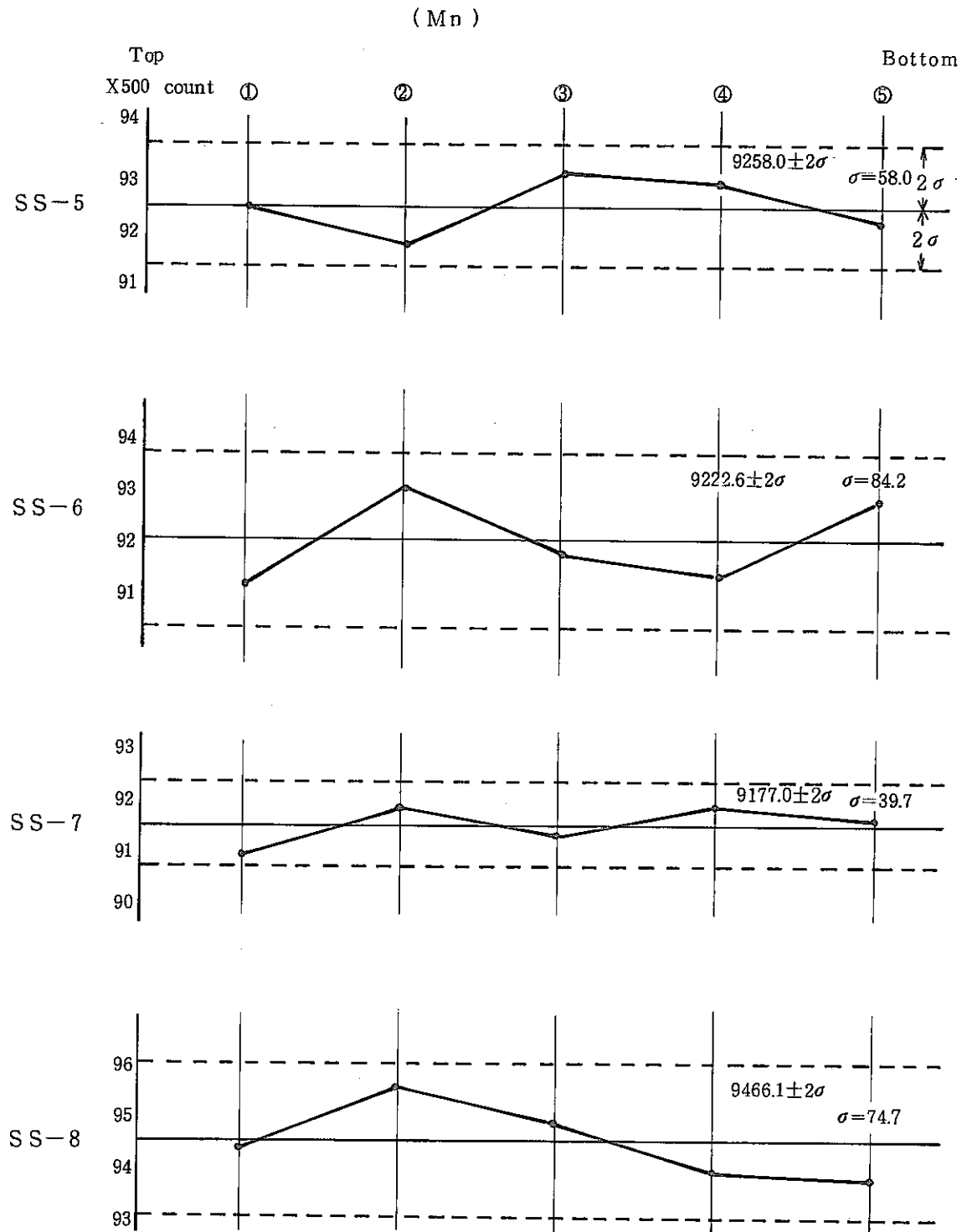
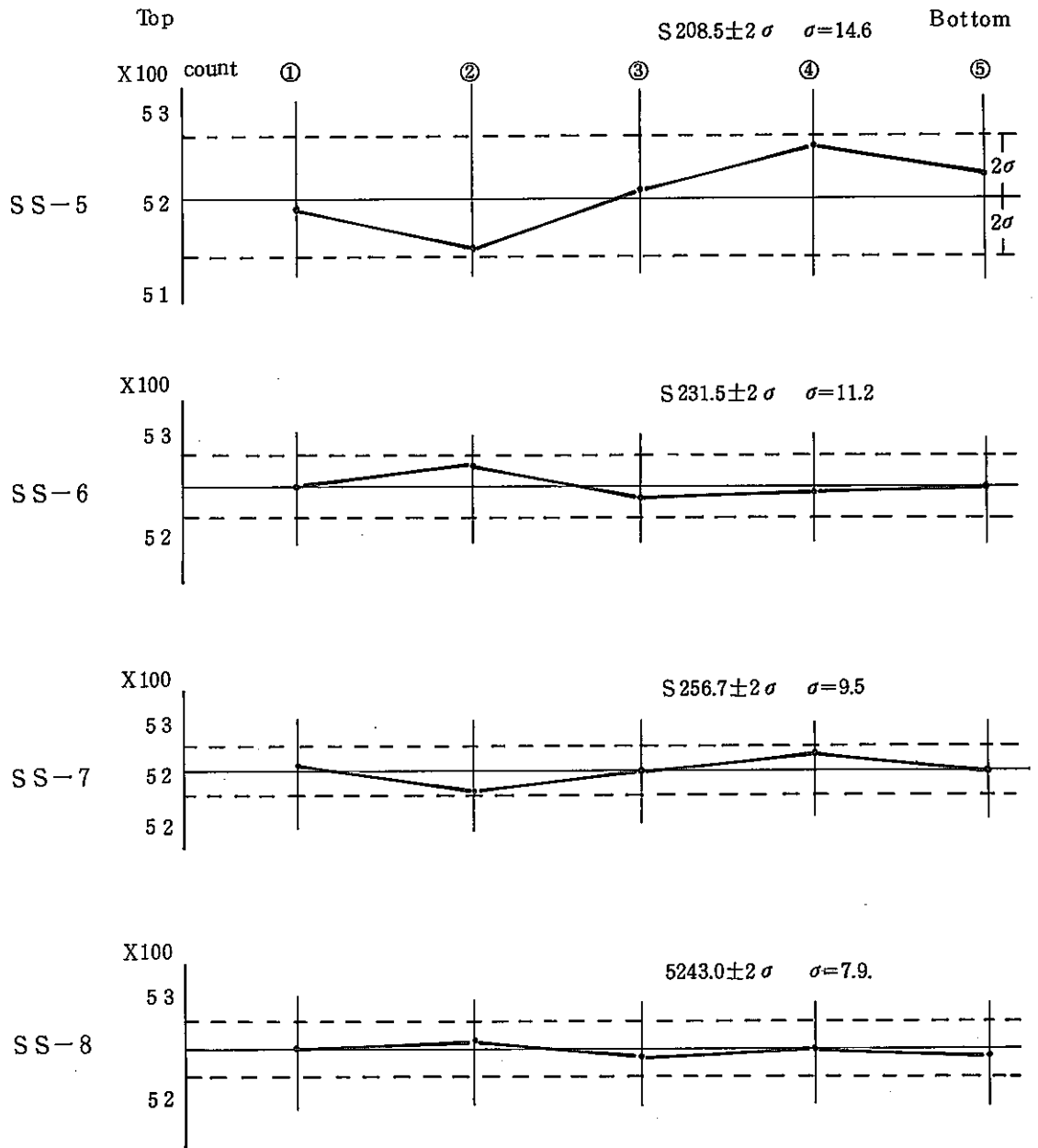


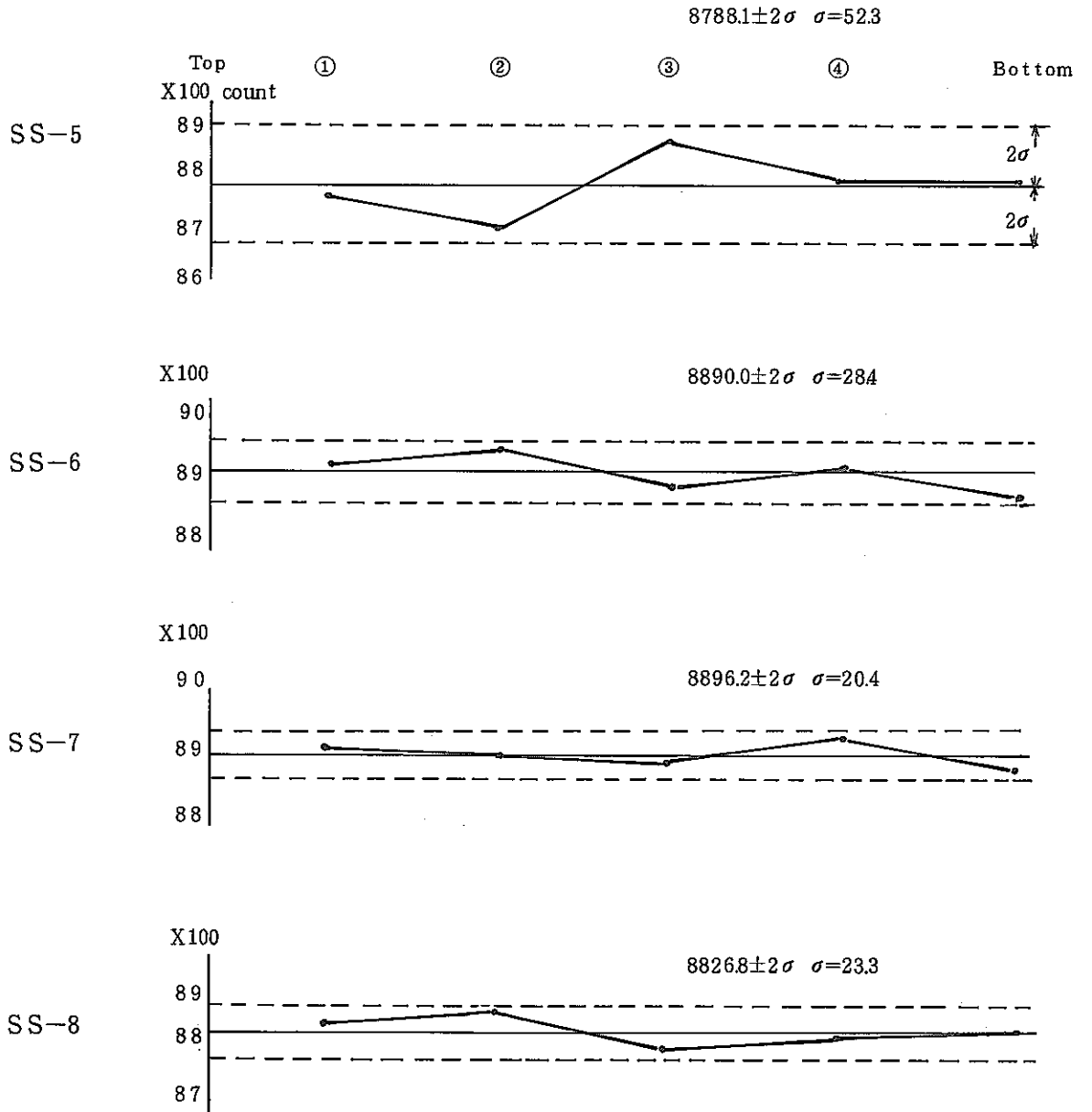
圖-5 偏析試驗結果 (SS5~8)



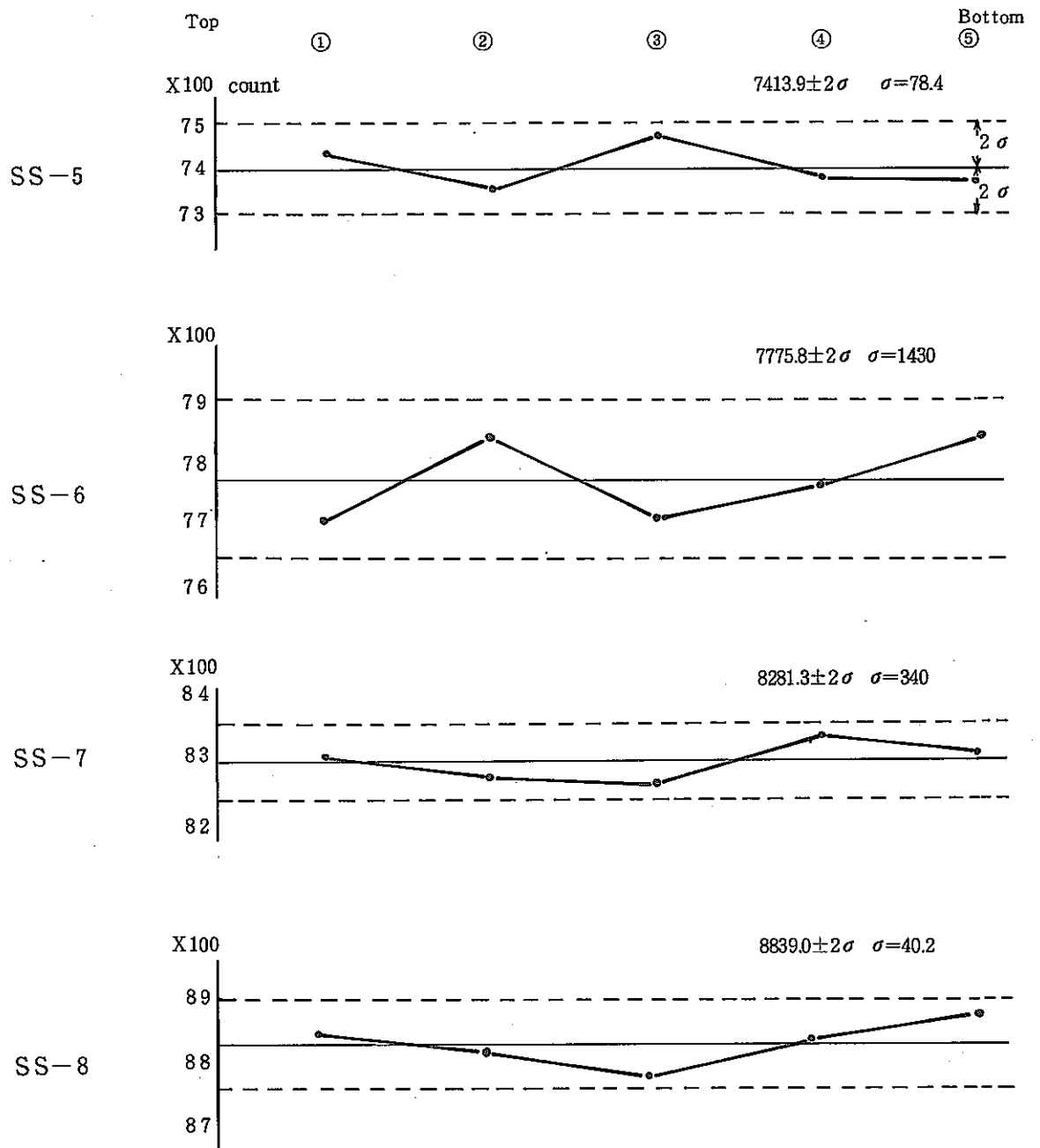
(Cr)



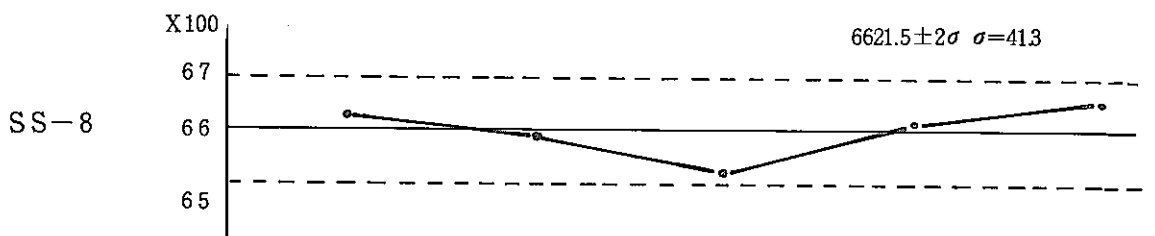
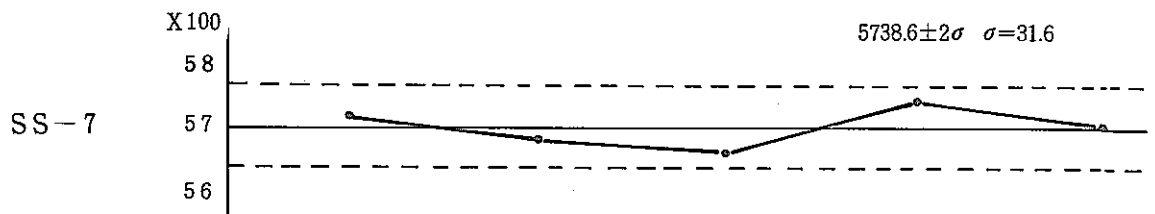
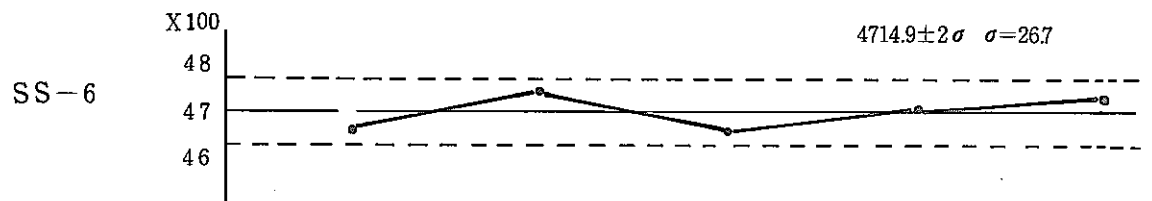
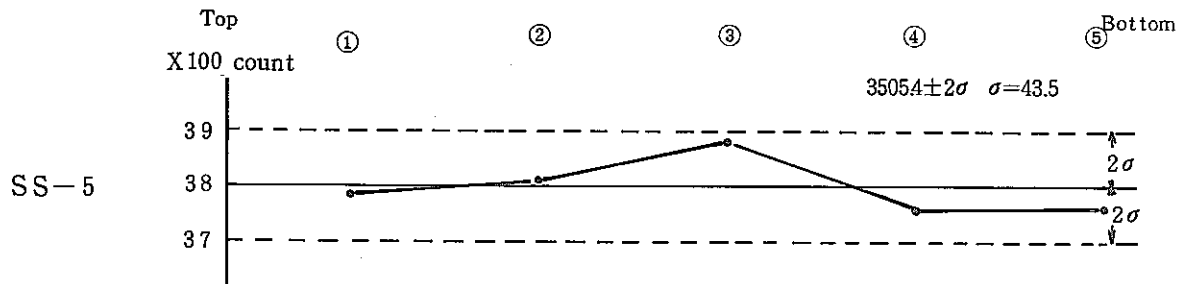
(Mo)



(A s)



(S n)



3-2. 均一性試験結果

偏析試験の結果から試料全体の均一性が確認されたが、試料の均一性は最も重要であるので、さらに動燃で図-5および6に示すような方法で、実際に標準試料として使用する位置で、試料の試験間かくを短かくしてより詳細に実施した。

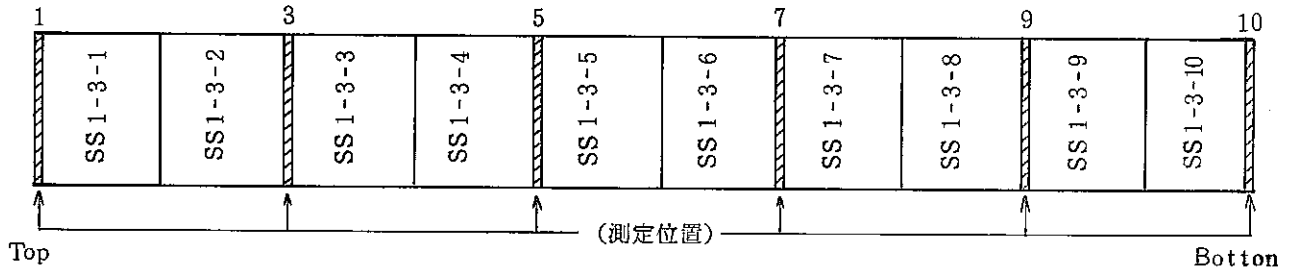
均一性の試験内容は次の通りである。

図-6. SUS-316 標準 (SS-1~4) の均一度試験

- 1) 測定方法 蛍光X線分析法 (理学 KG-X型)
- 2) 測定条件

条件 \ 元素	Al	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Co	Cu	V	Ti	Nb	P
スペクトル線	K α	K α	K α	K α	K α	K β	K α	K α	K α	K α	K β_1	K α
X線管球	Cr	Cr	W	W	W	W	W	W	W	W	Au	Cr
電圧 - 電流 (kV) (mA)	50-40	50-40	50-40	50-40	50-40	50-40	50-40	50-40	50-40	50-40	50-40	50-40
分光結晶	EDDT	EDDT	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	EDDT
検出器	PC	PC	SC	SC	SC	SC	SC	SC	SC	SC	SC	PC
X線径路	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC
測定方法	F.T	F.T	F.T	F.T	F.T	F.T	F.T	F.T	F.T	F.T	F.T	F.T
研磨紙	SiC	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₂	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃
B.L - C.W	100-250	100-240	90-260	90-260	80-240	110-190	90-240	90-230	90-260	80-280	120-160	140-100
マスク	Cu	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al

3) 均一度試験試料位置 (図-3 参照)



4) 標準偏差の算出法

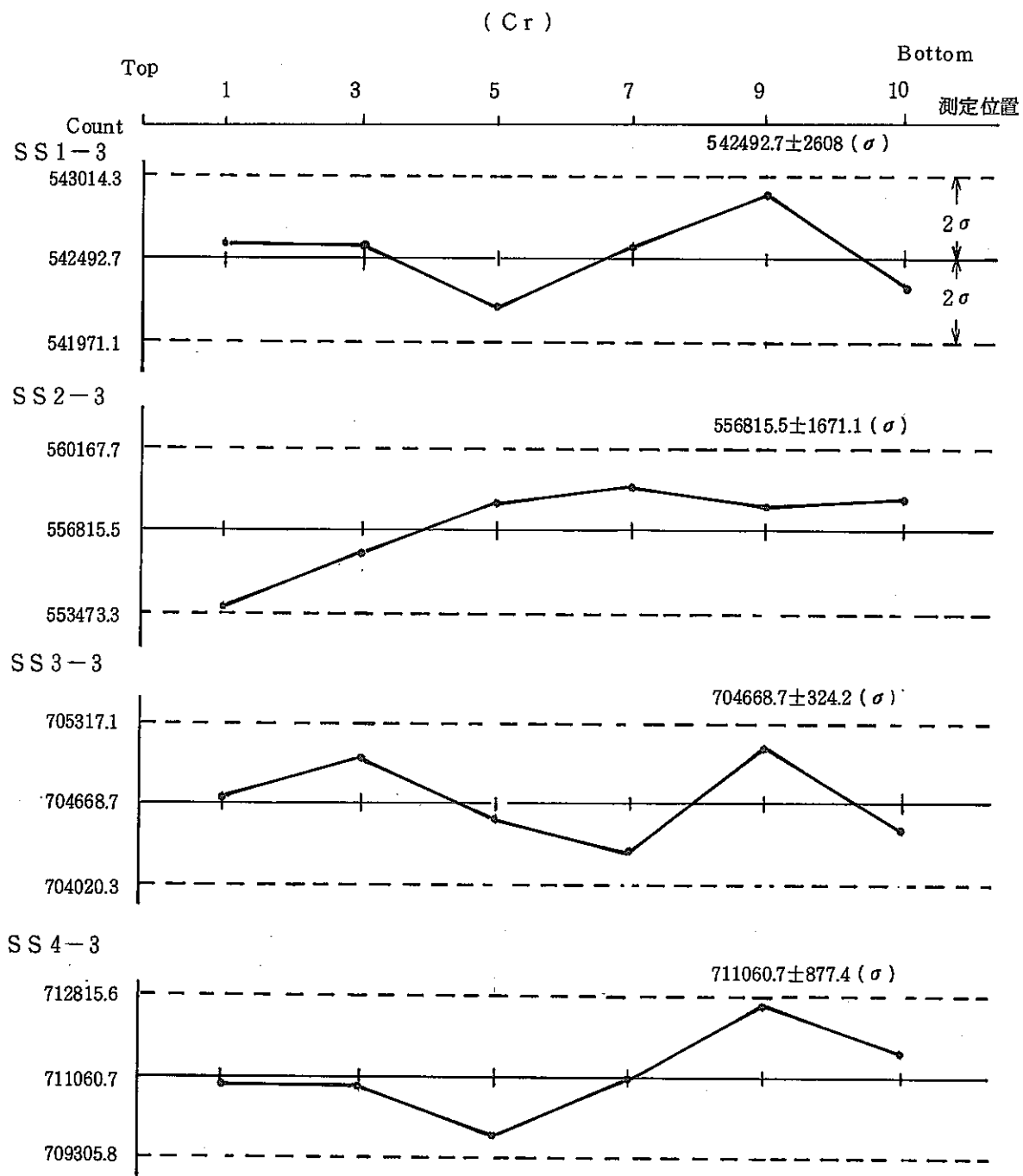
- 同一試料を30回くり返し測定し σ を求めた。

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{n-1} \left(\sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n} \right)}$$

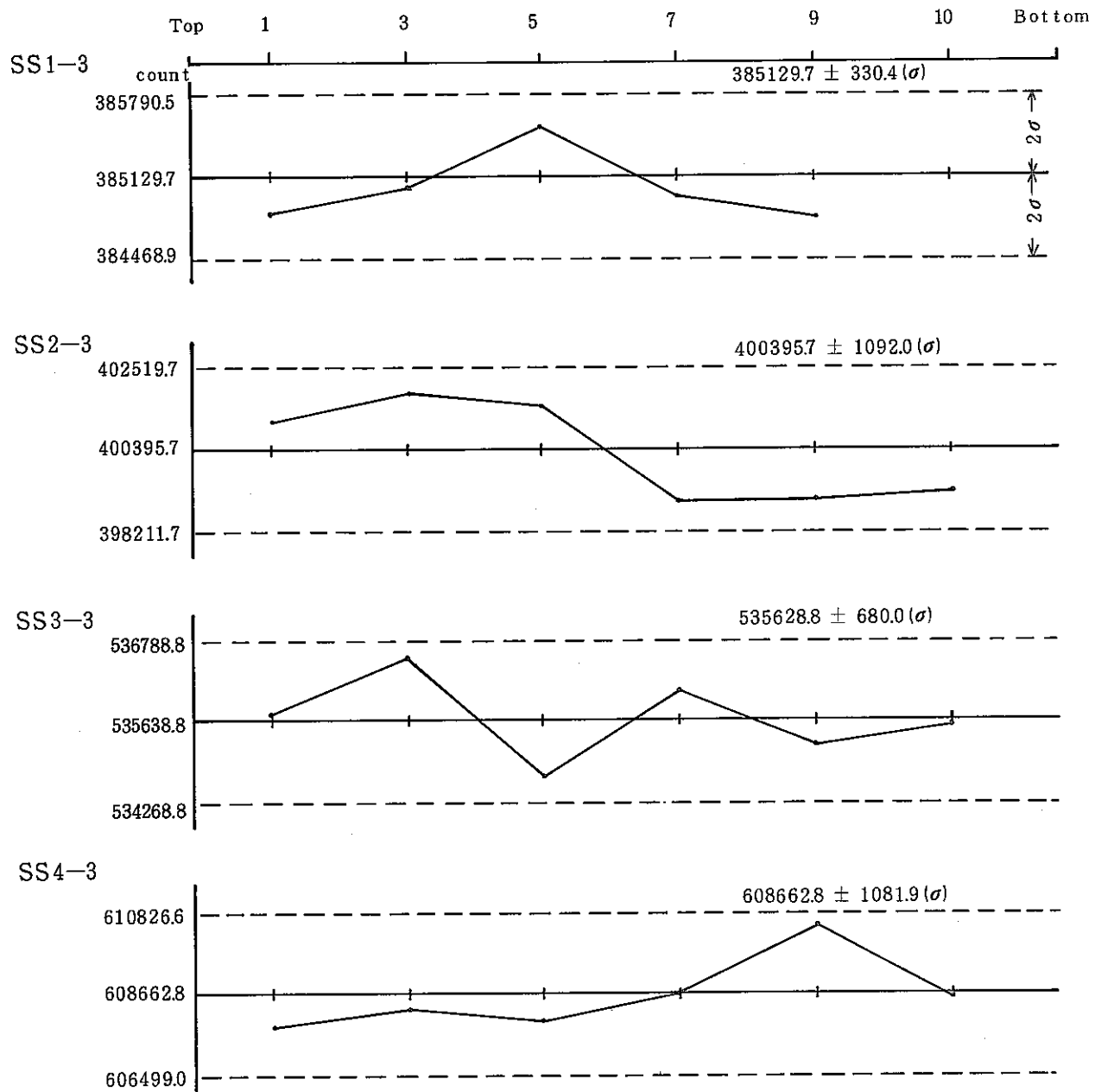
5) 均一度試験試料の測定回数は、5回

6) 試験結果

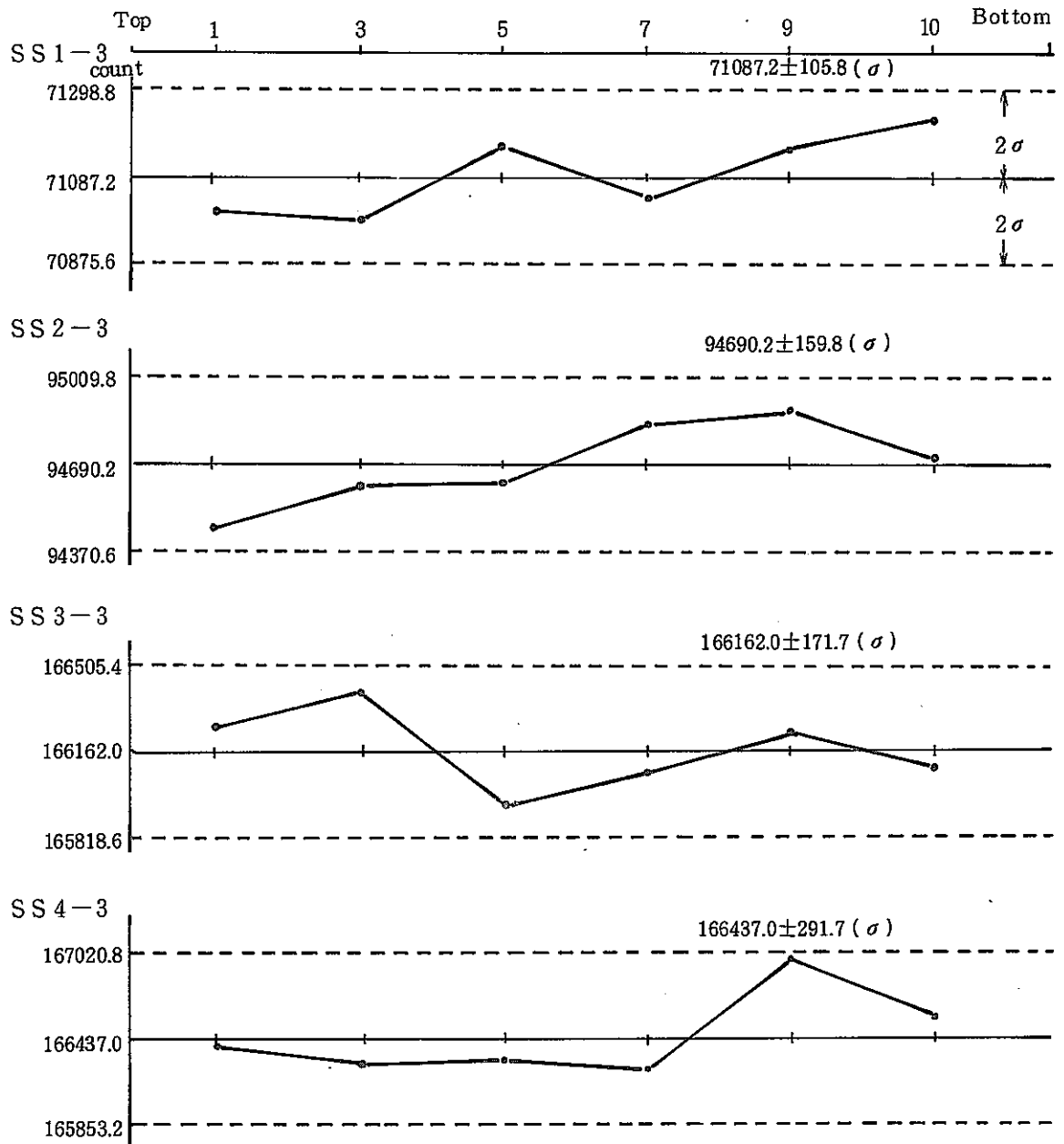
JAERI-4050によるとけい光X線分析法によって行なった均一度試験の場合は「均一さ」の検定の尺度として $\pm 3\sigma$ を用いている。したがってSUS-316標準試料の上記の12元素については $\pm 2\sigma$ の範囲内にあるので、均一な標準試料であると判断できる。



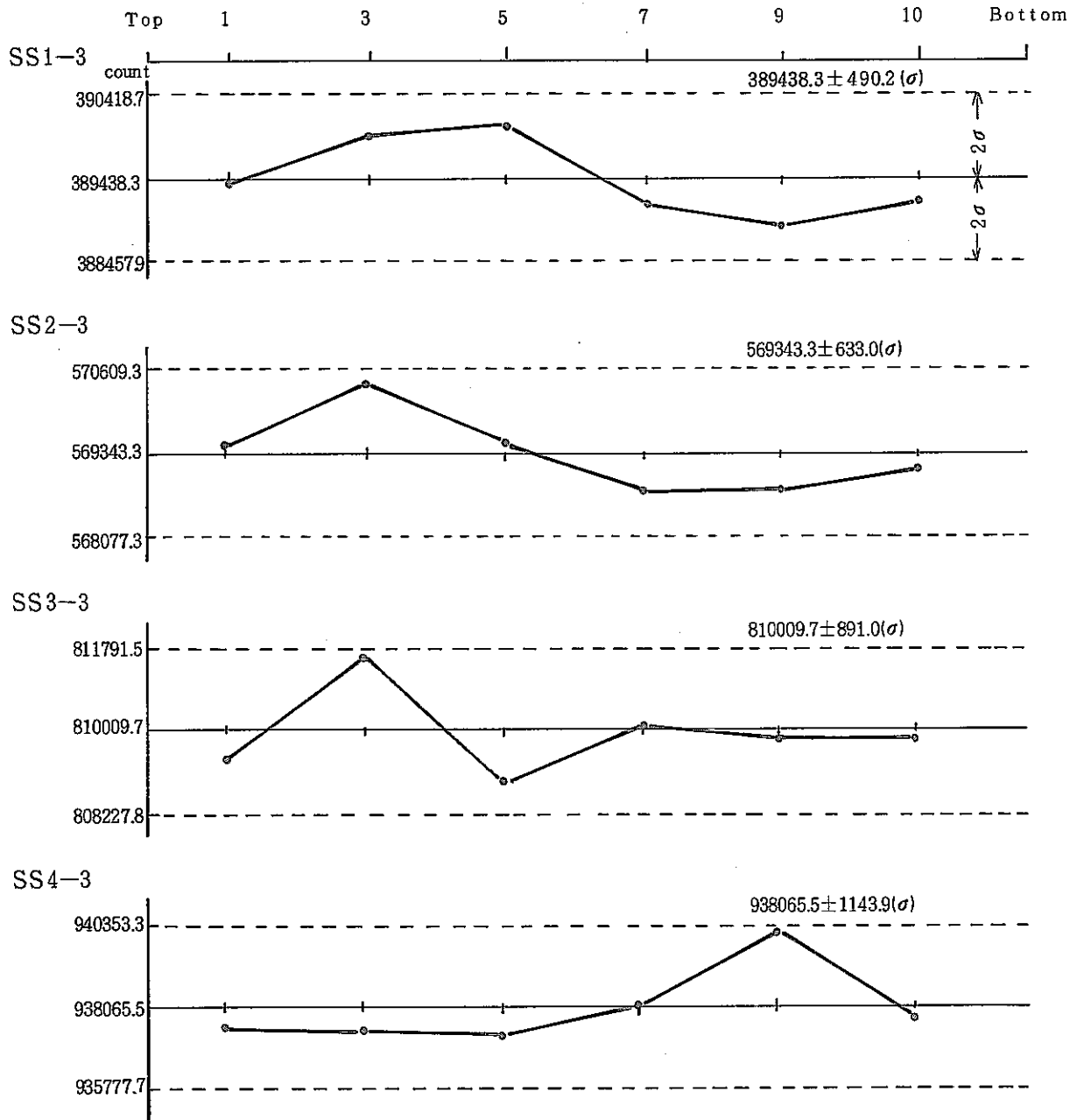
(Ni)



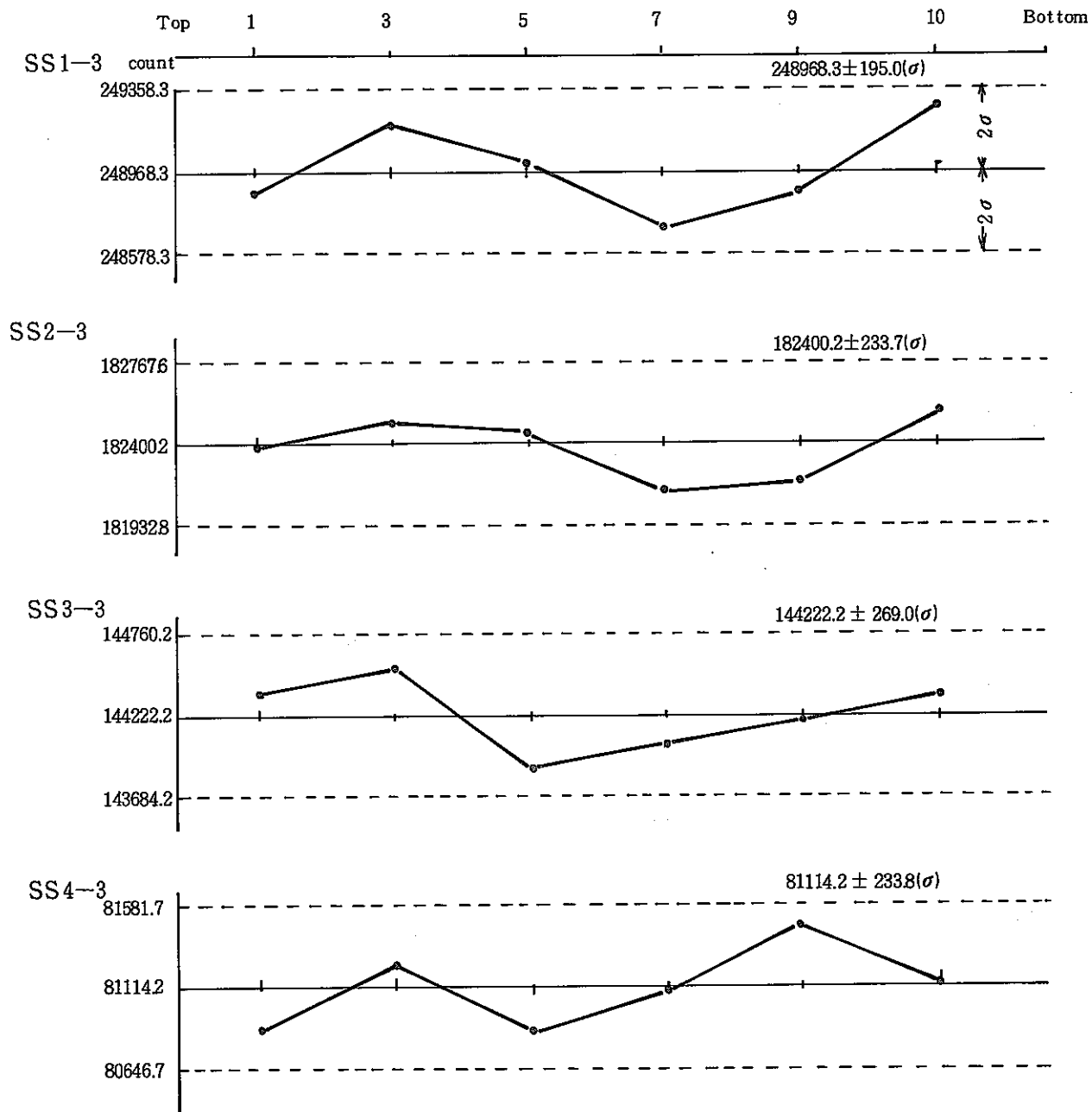
(Co)



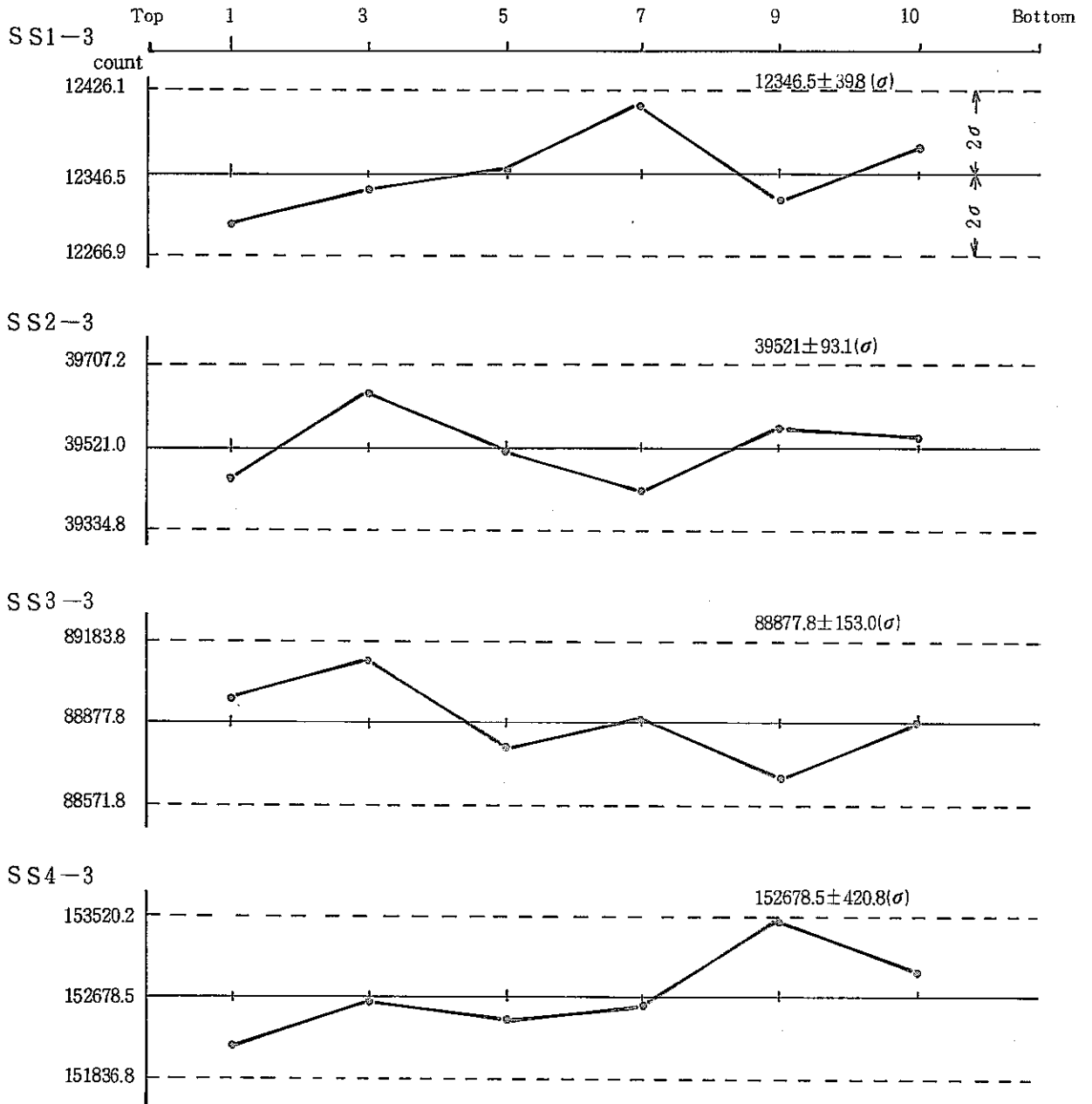
(Mn)



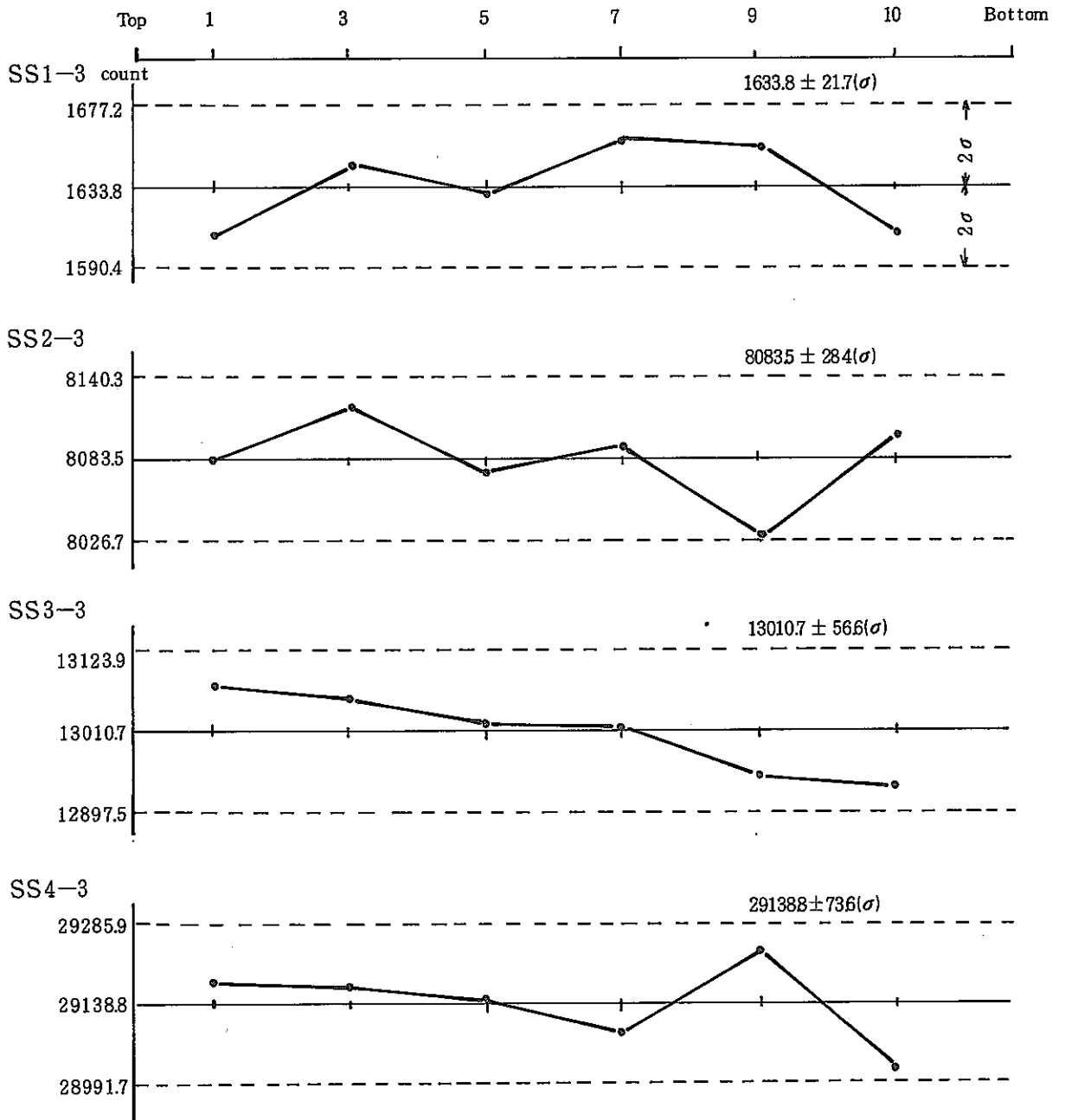
(Mo)



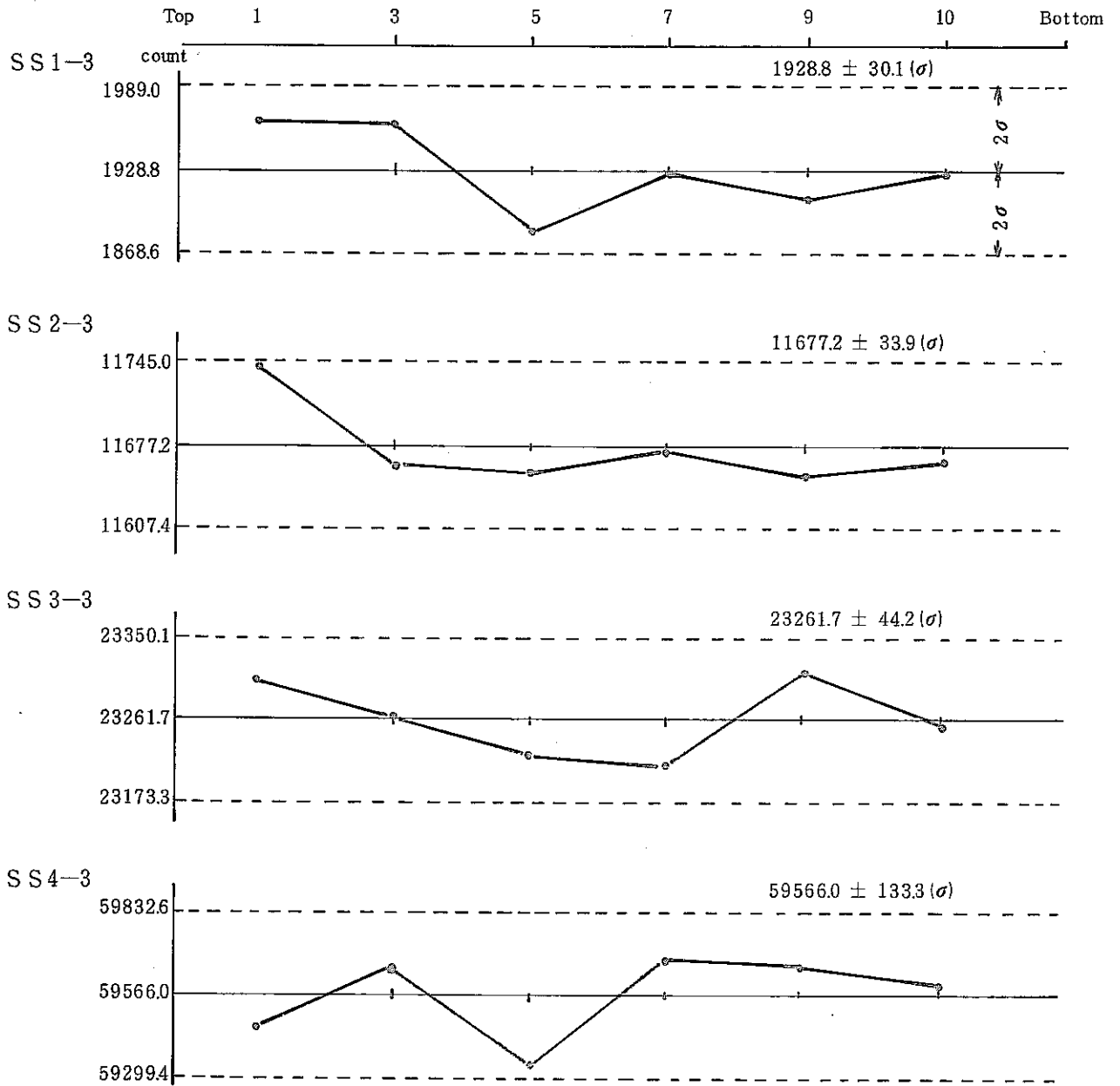
(Cu)



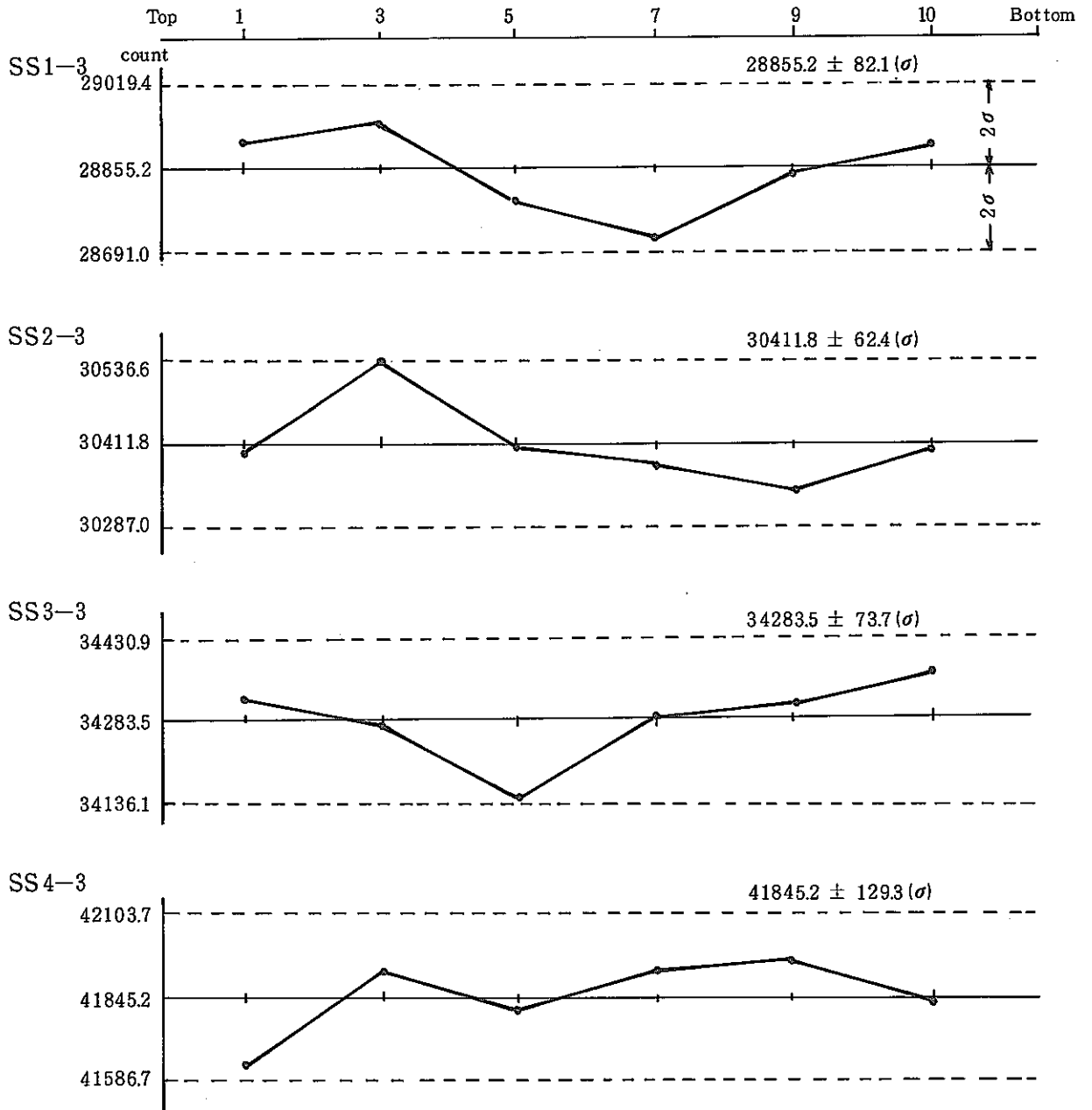
(Ti)



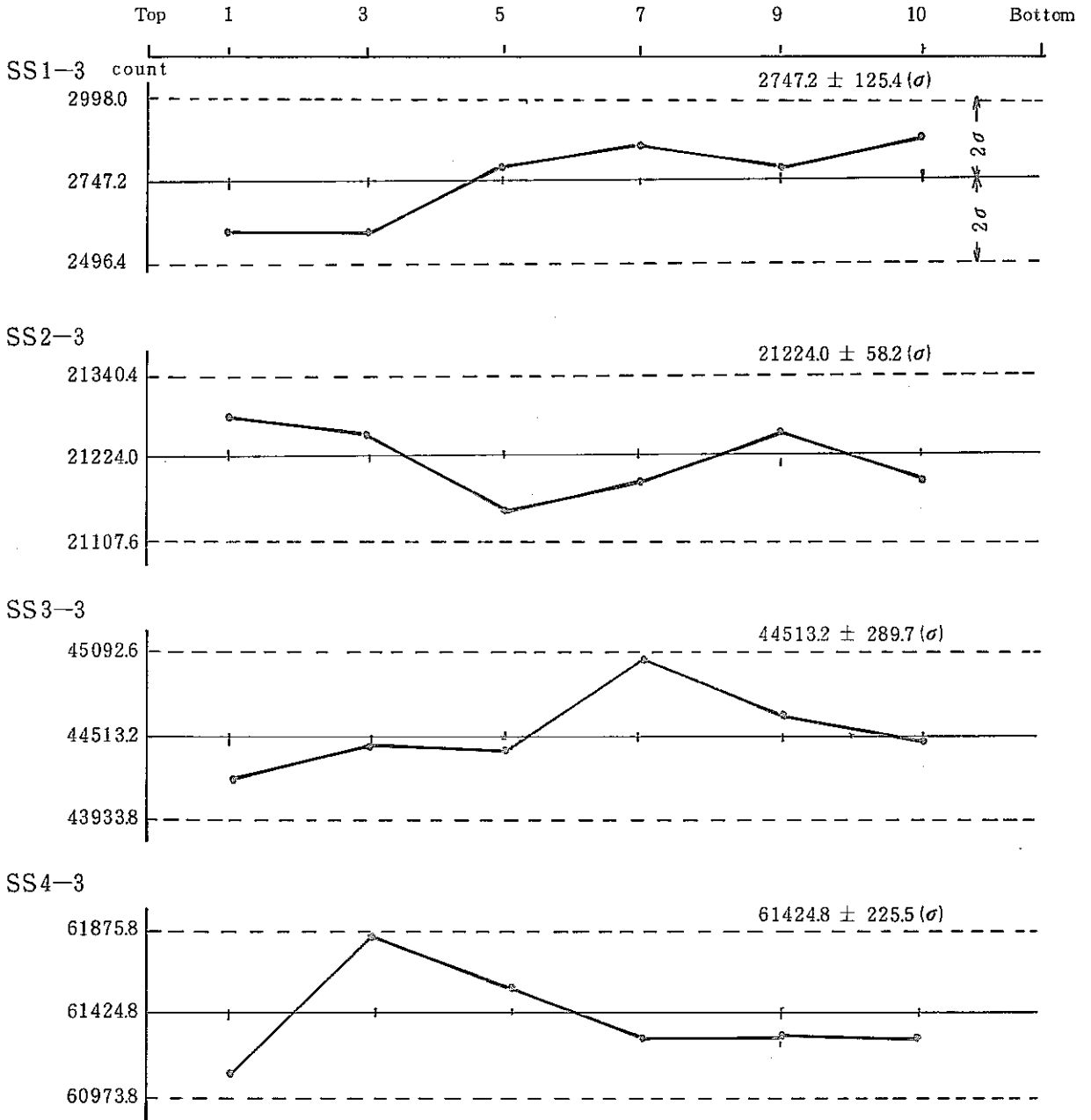
(V)



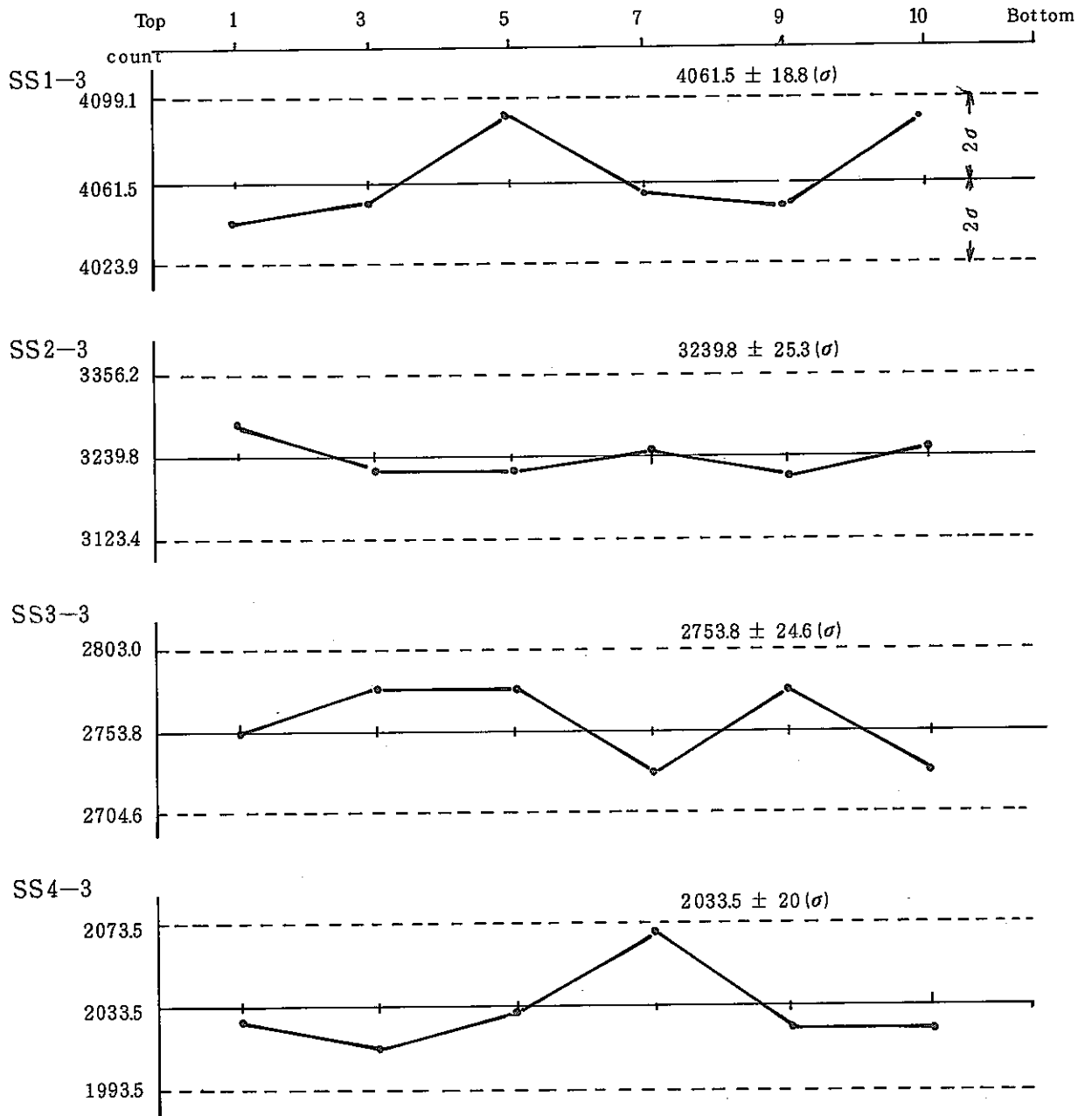
(N b)



(Si)



(P)



(Ae)

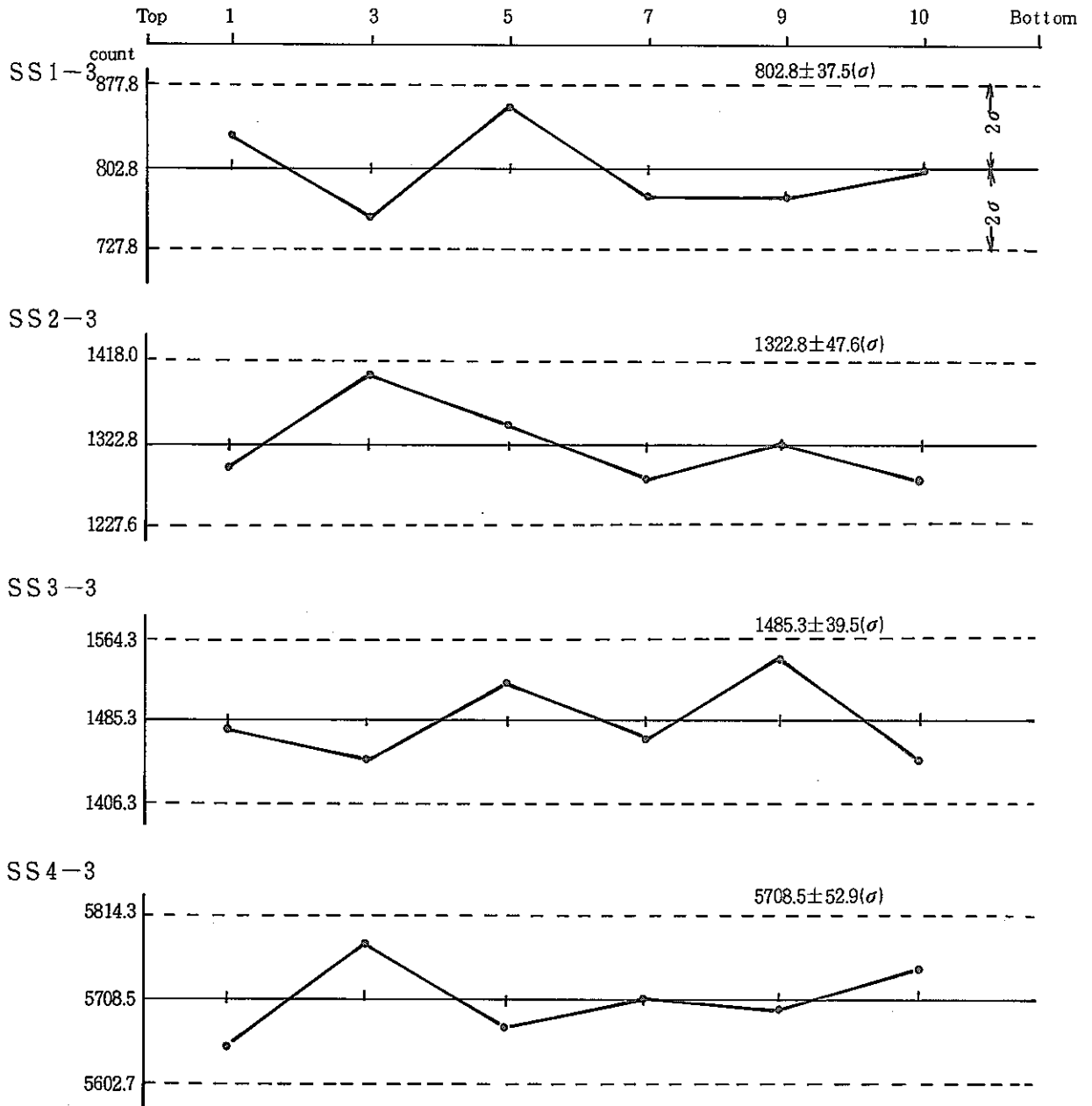


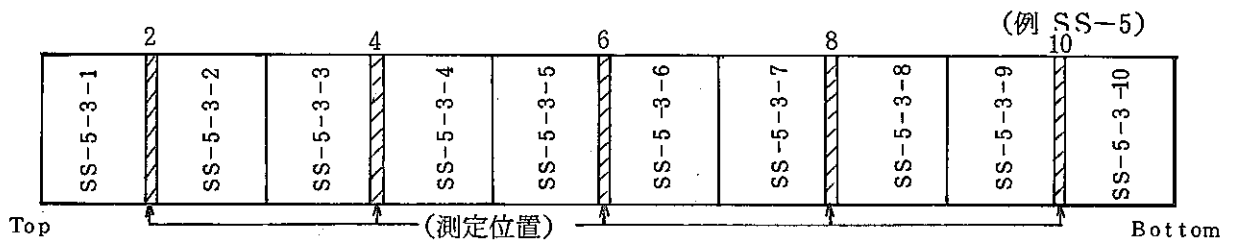
図-7 SUS-316 標準 (SS-5~8) の均一度試験

1) 測定方法 蛍光X線分析法 (理学KG-X型)

2) 測定条件

条件	元素	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	W	As	Sn	Ta	Sb	Sb
スペクトル線		K α	K α	K α	K α	K α	K α	K β_1	L α_1	K α	K α	L α_1	K α	K α
X線管球		Au	Au	Au	Au	Au	Au	Au	Au	Au	Au	Au	Au	Au
電圧-電流 (kV)-(mA)		50-40	30-10	50-40	50-40	30-10	30-10	30-10	50-40	50-40	30-10	50-40	50-40	50-40
分光結晶		EDDT	LiF	GPH	GPH	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	GPH	LiF	LiF	LiF
検出器		PC	SC	PC	PC	SC	SC	SC	SC	SC	PC	SC	SC	SC
X線径路		VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC
測定方法		F.T	F.T	F.T	F.T	F.T	F.T	F.T	F.T	F.T	F.T	F.T	F.T	F.T
研磨紙		Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃
BL-CW		150-100	150-100	150-100	150-100	150-100	170-60	150-100	150-100	150-100	150-100	150-100	150-100	150-100
マスク		Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al

3) 均一度試験試料位置



4) 標準偏差の算出法

- 同一試料を20回くり返し測定し、 σ を求めた。

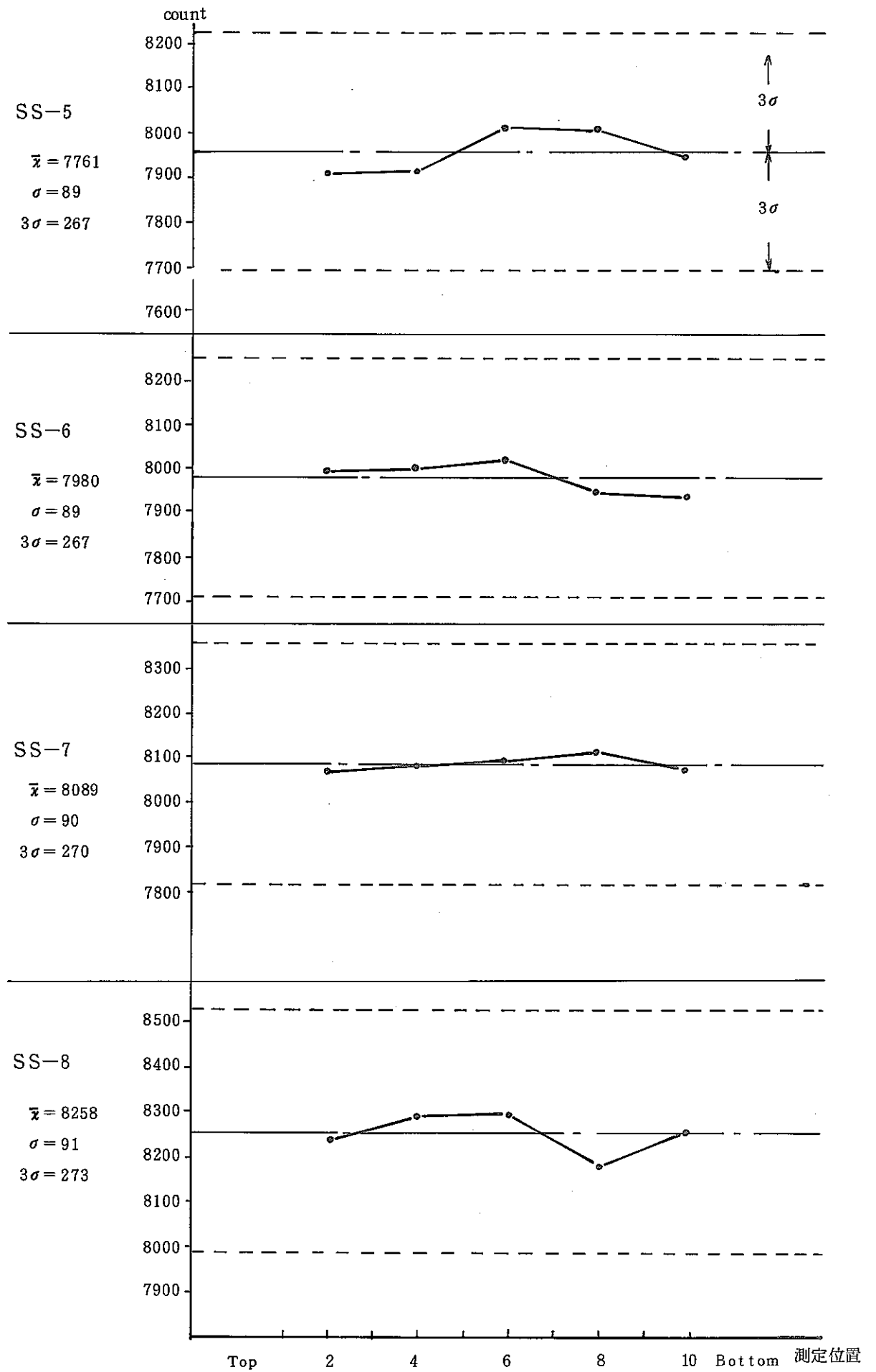
$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{n-1} (\sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n})}$$

5) 均一度試験試料の測定回数は4回

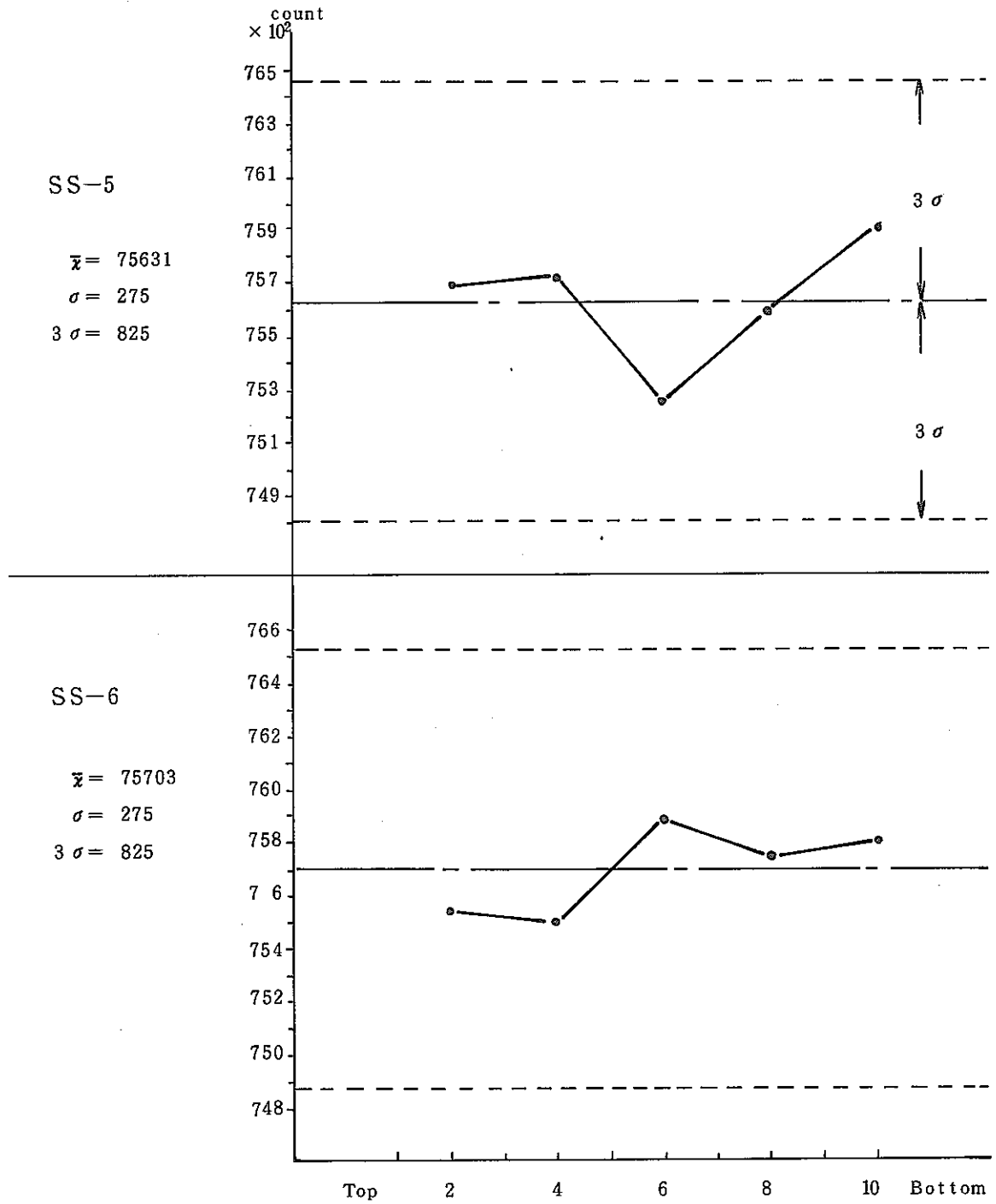
6) 試験結果

Ni, Cr, Sbは3 σ に入り、他の元素は全部2 σ 内に入り均一である事が確認できた。

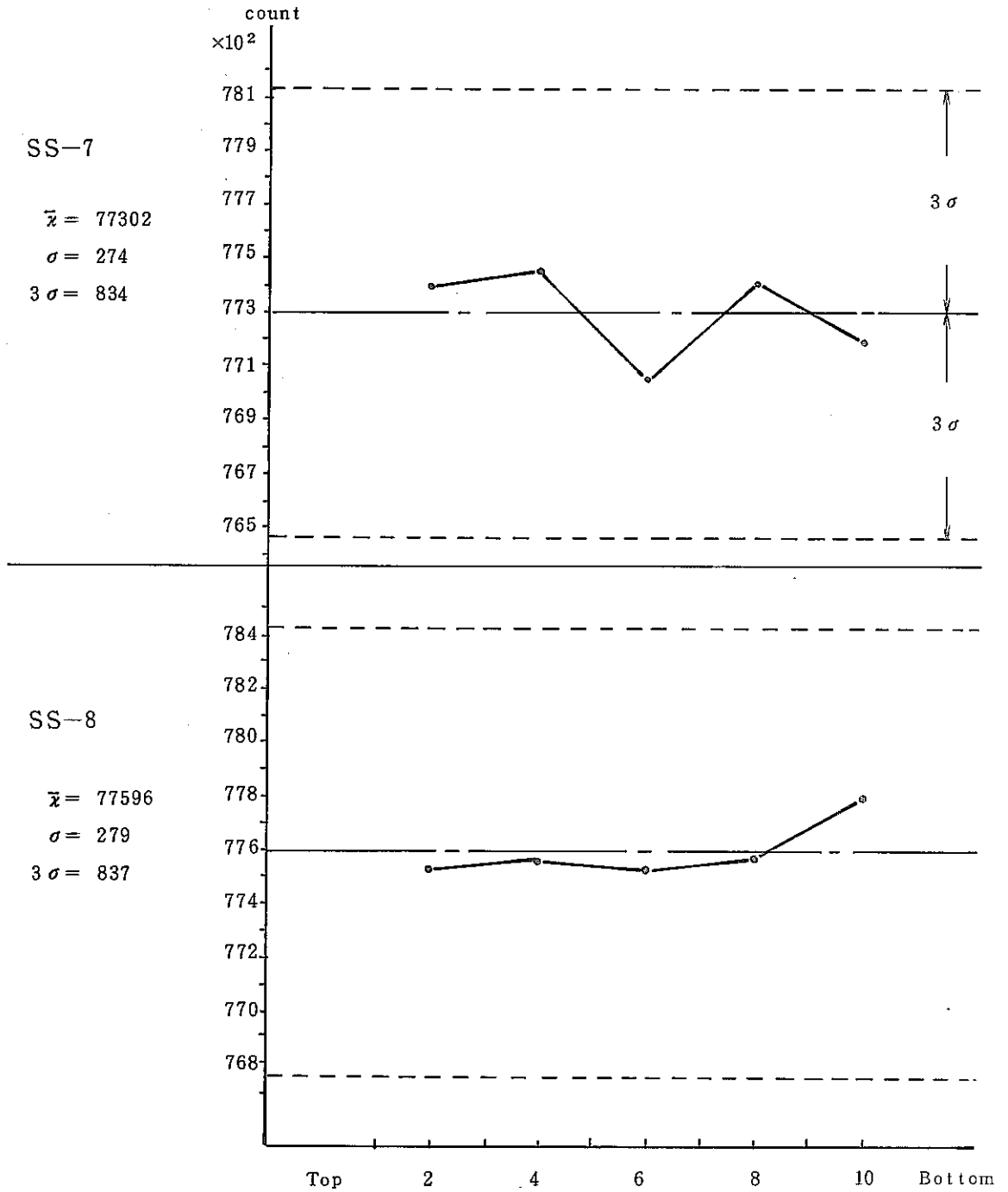
SN841-80-04



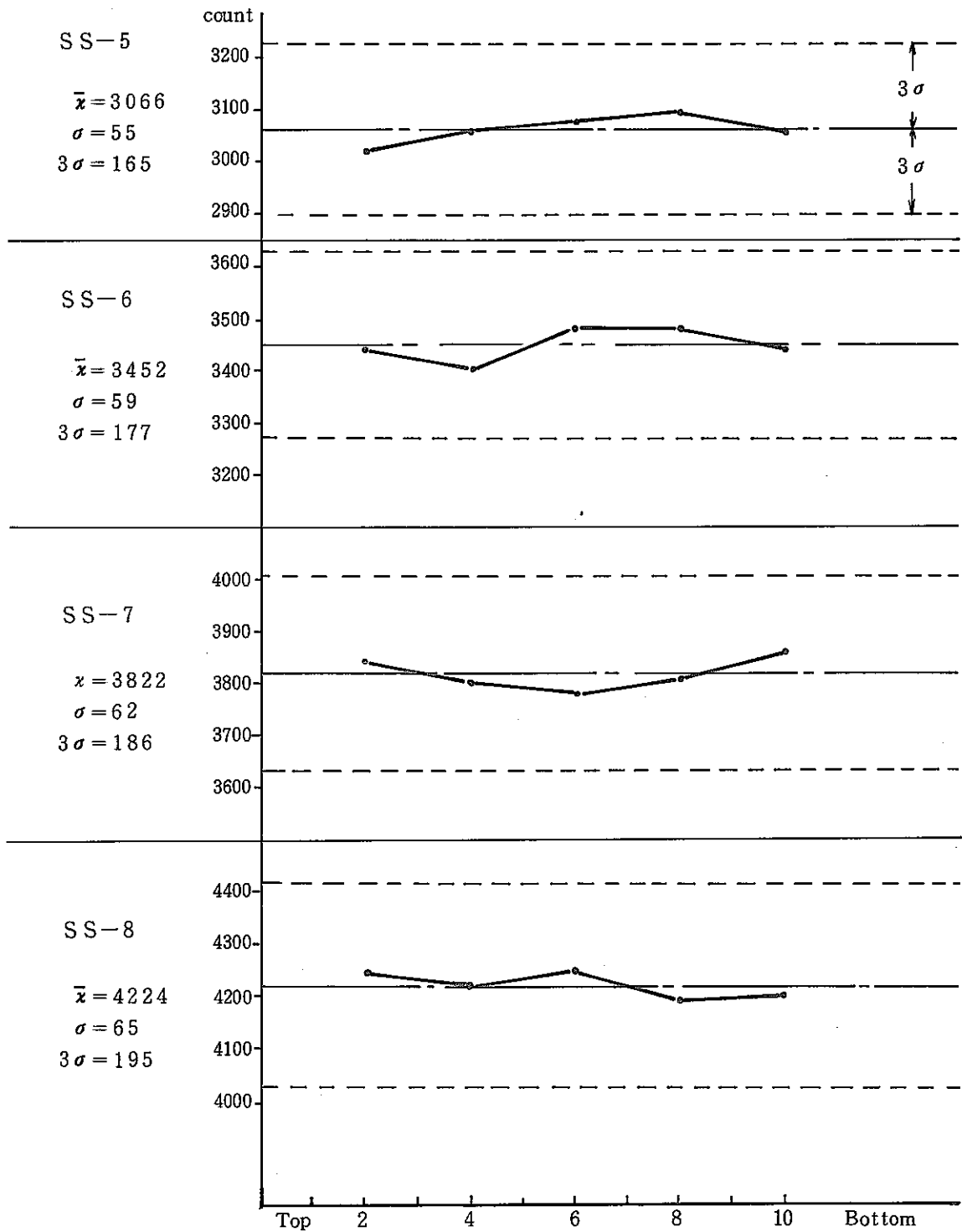
(Mn)



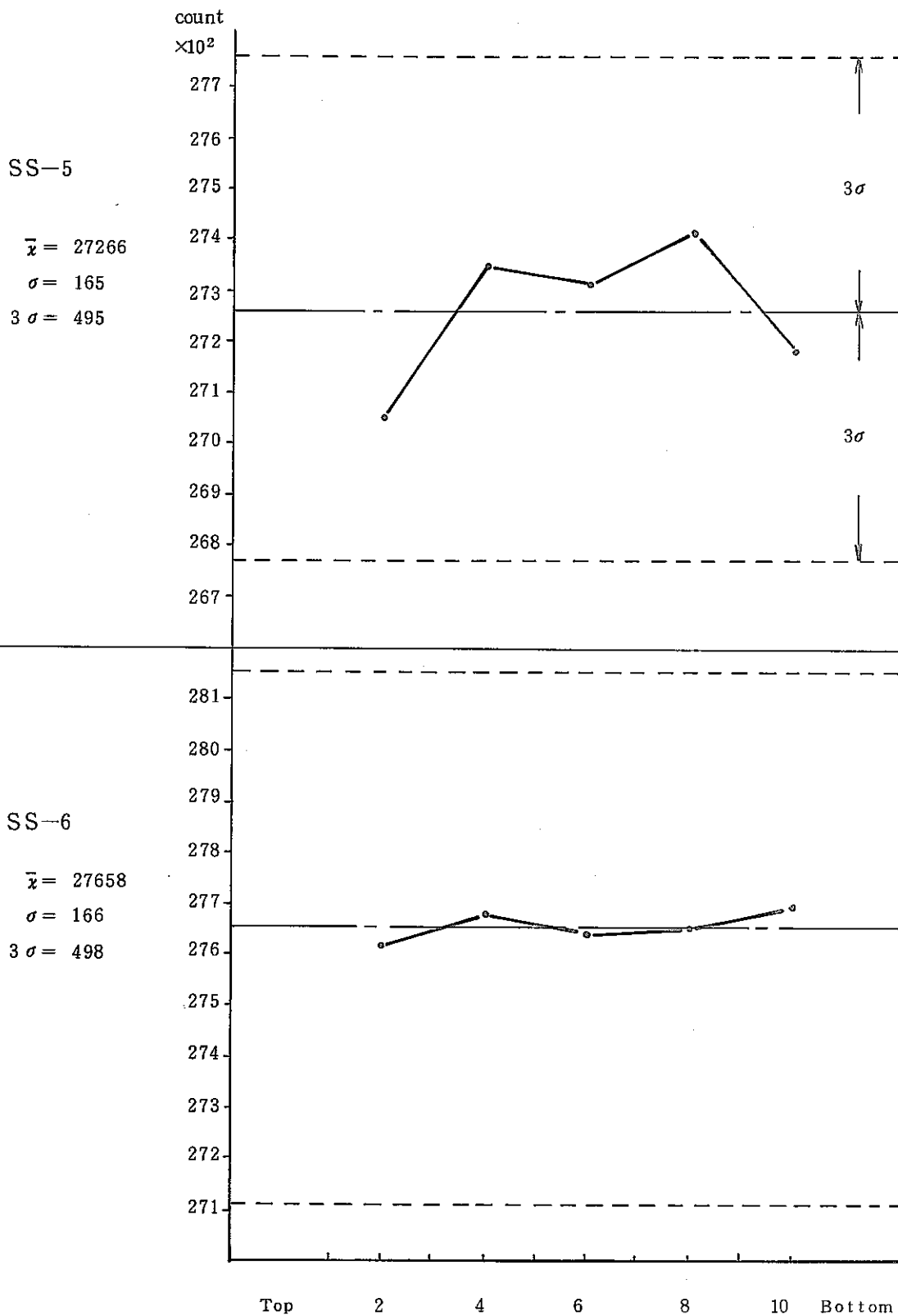
(Mn)



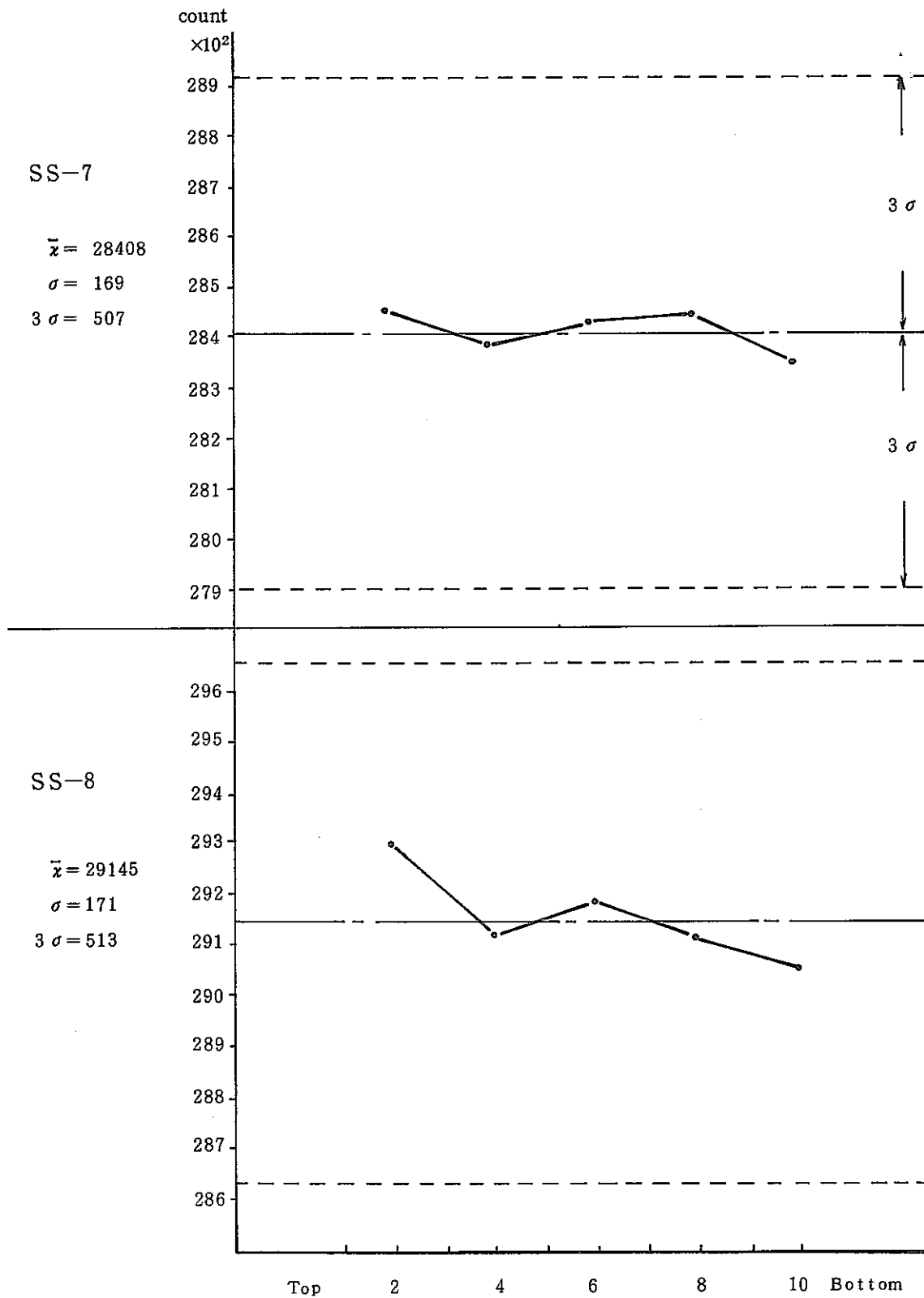
(P)



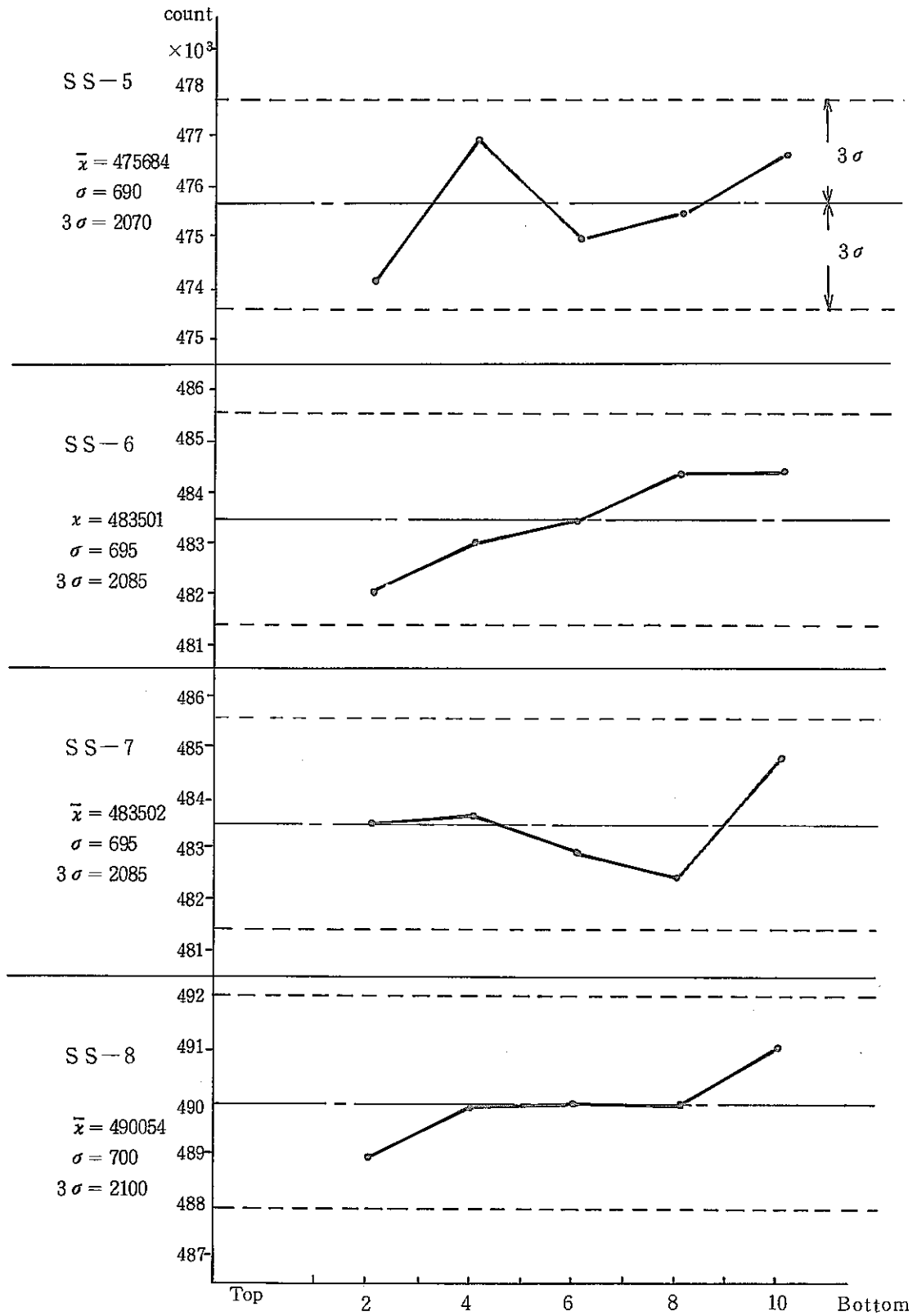
(S)



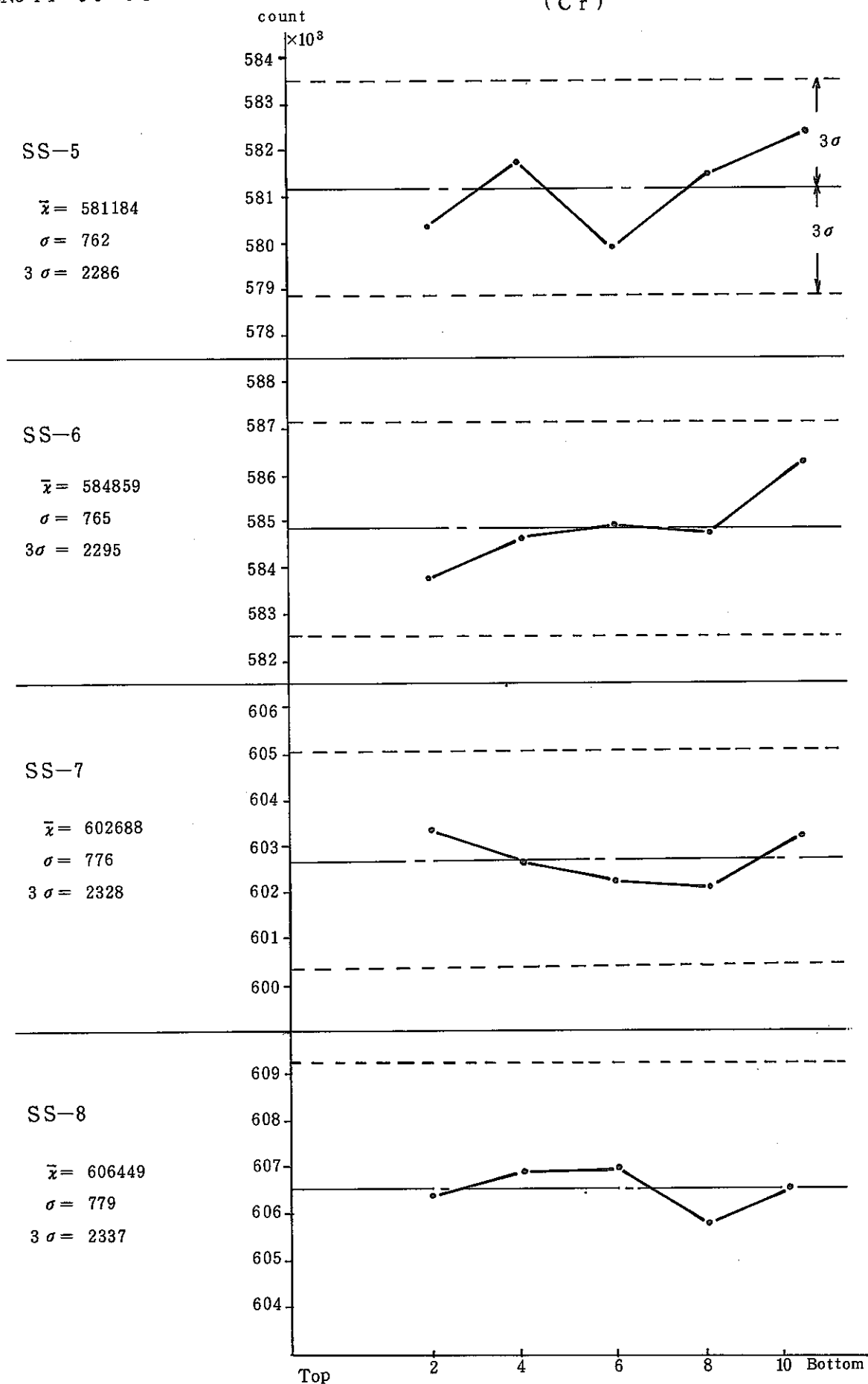
(S)

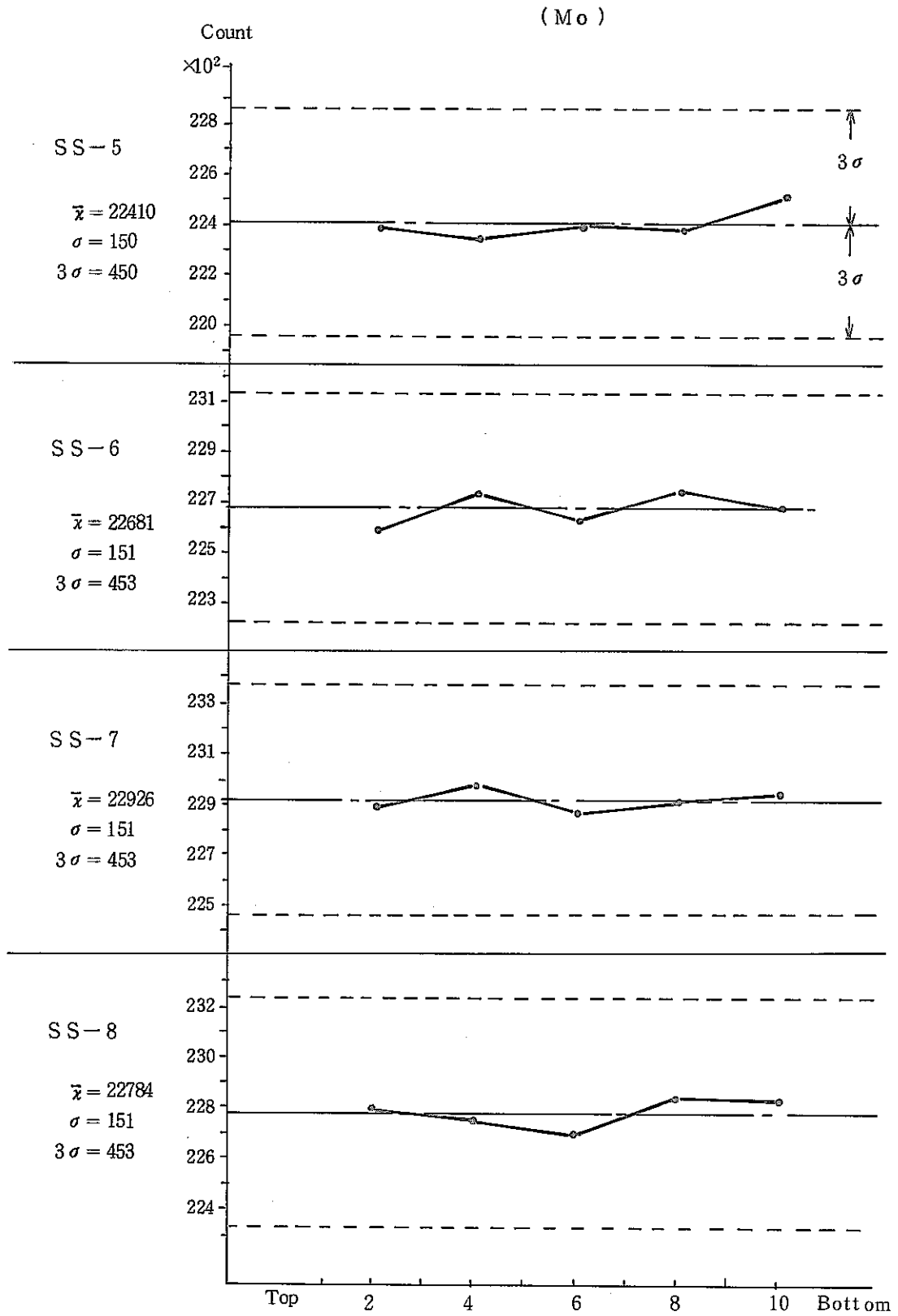


(Ni)

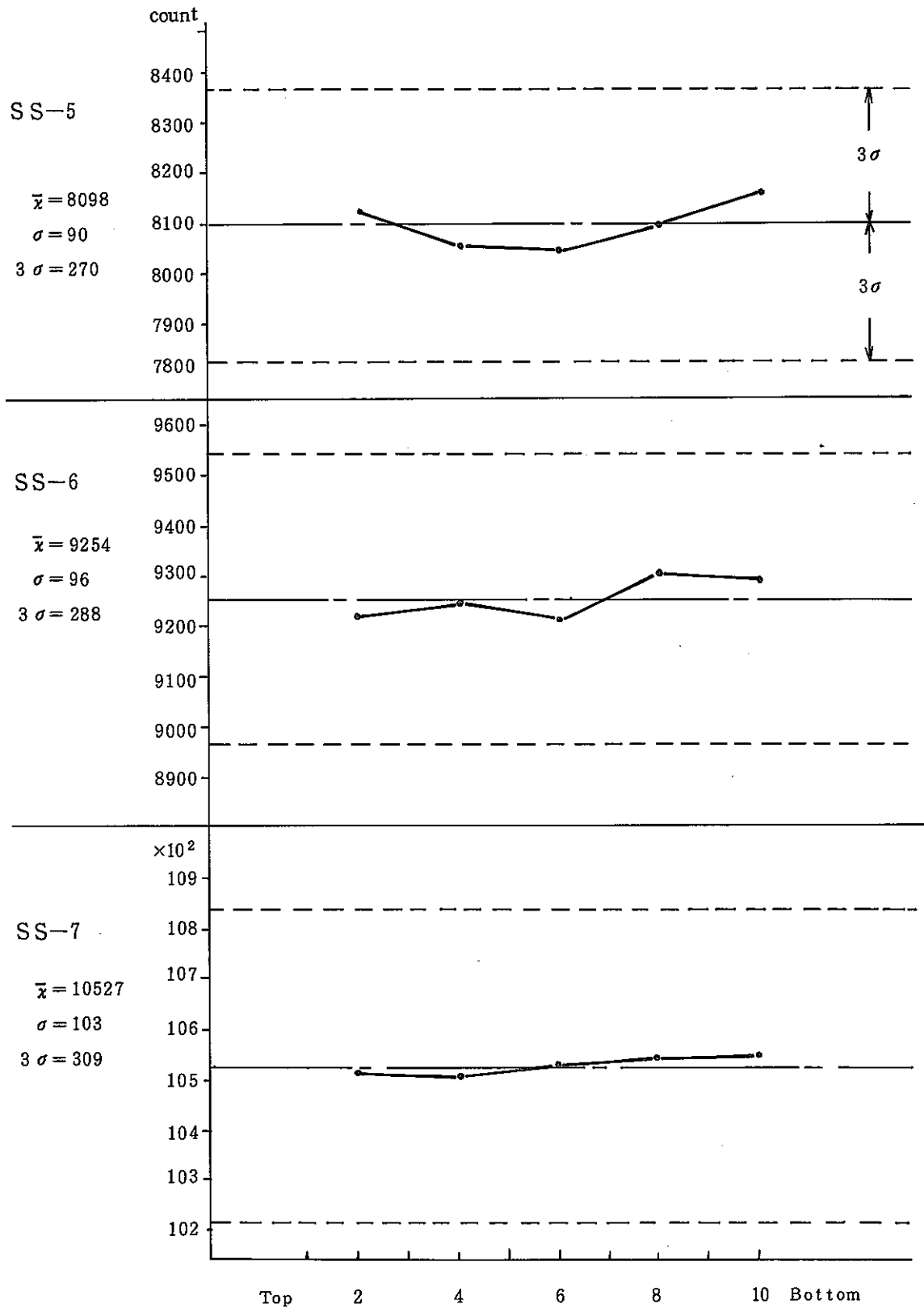


(Cr)

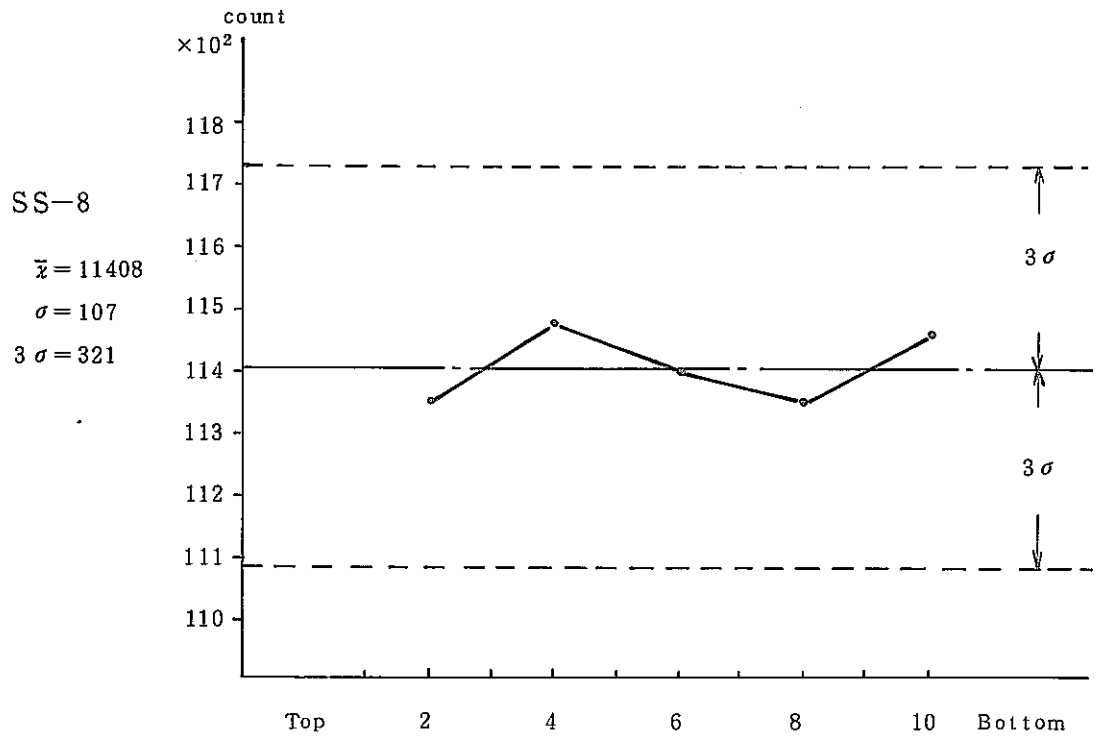


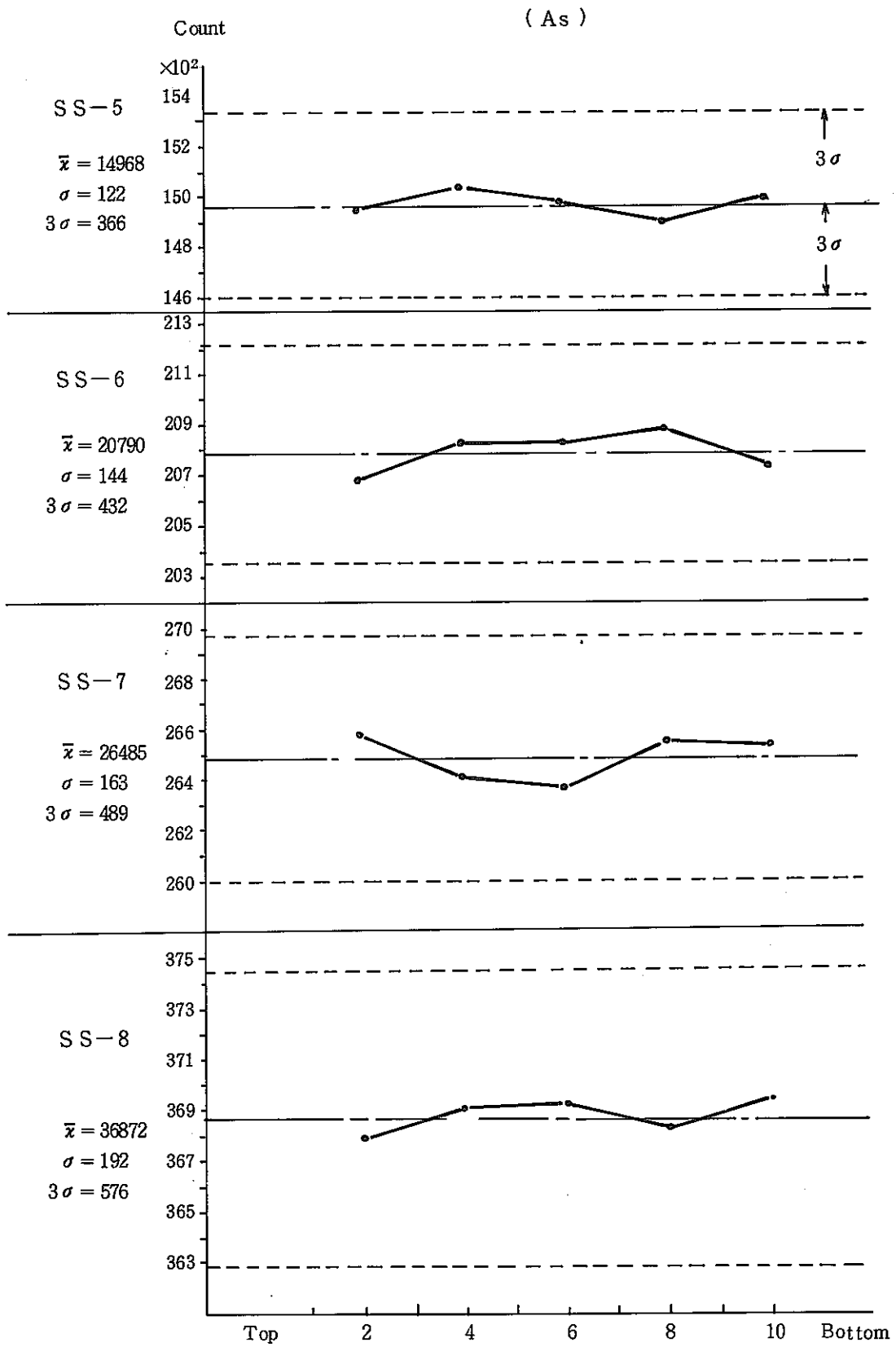


(W)

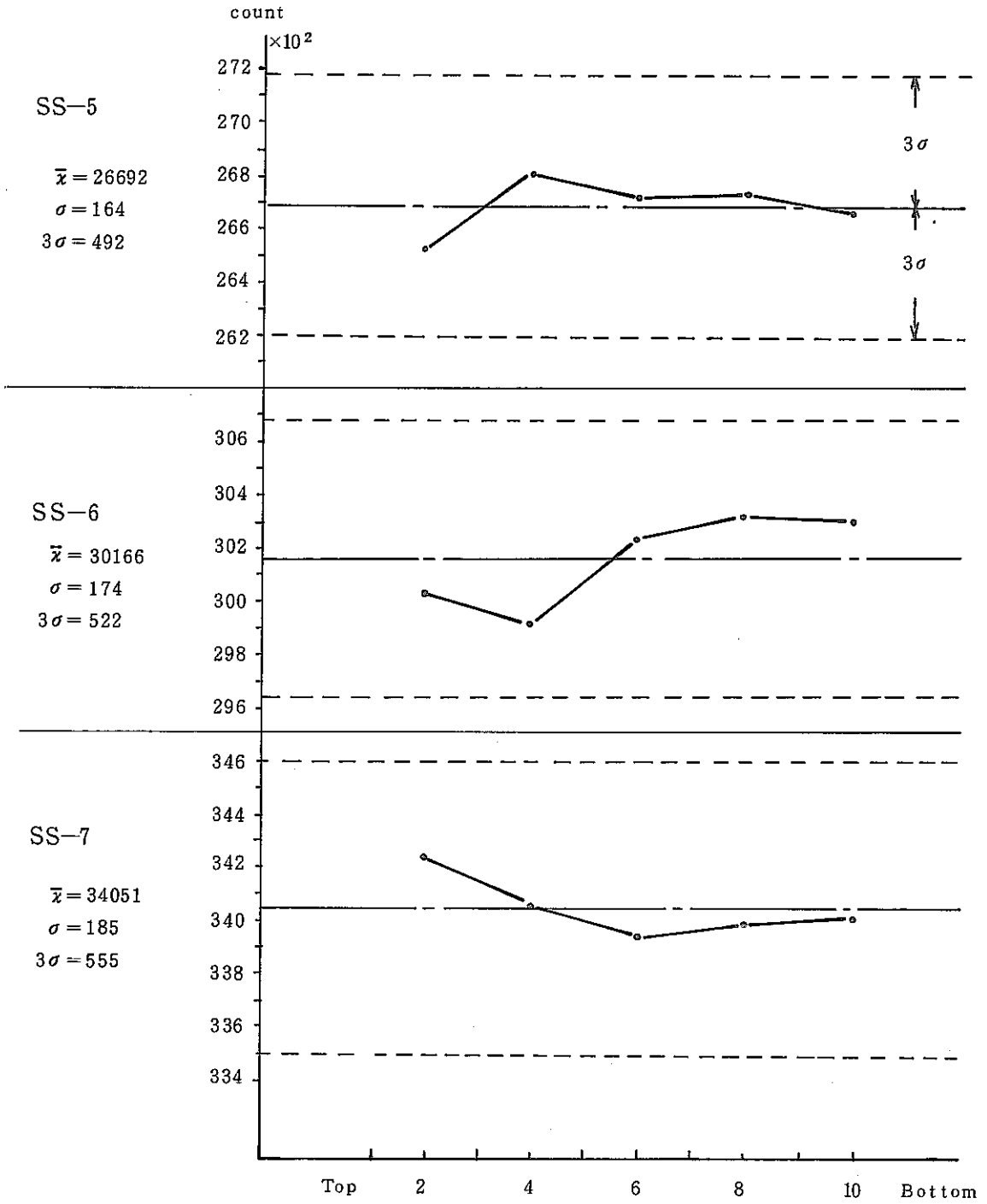


(W)

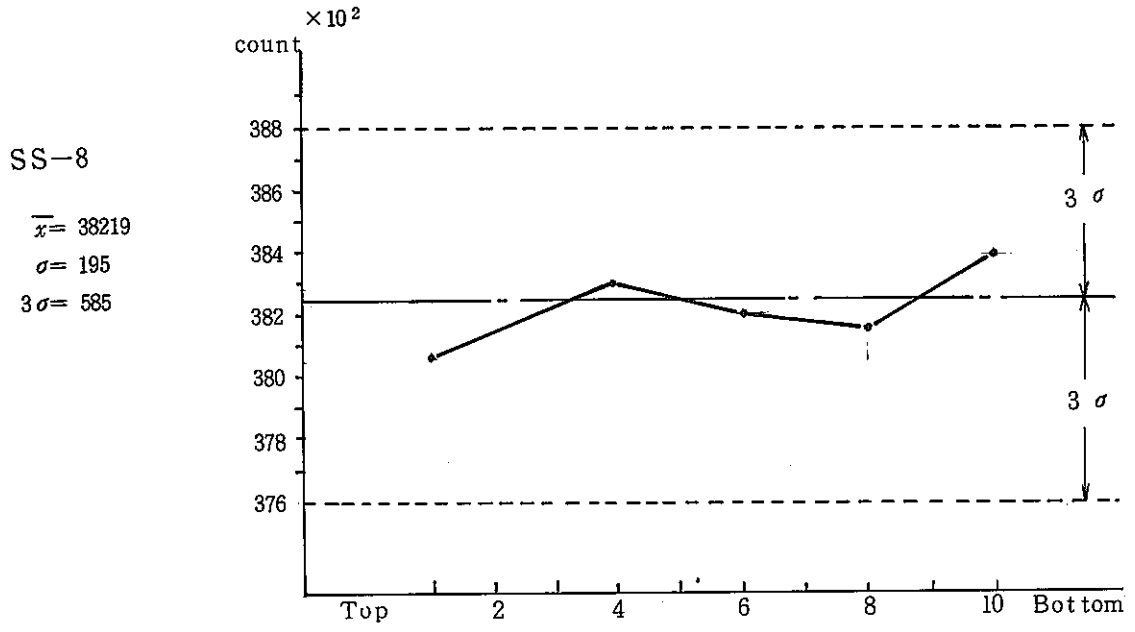


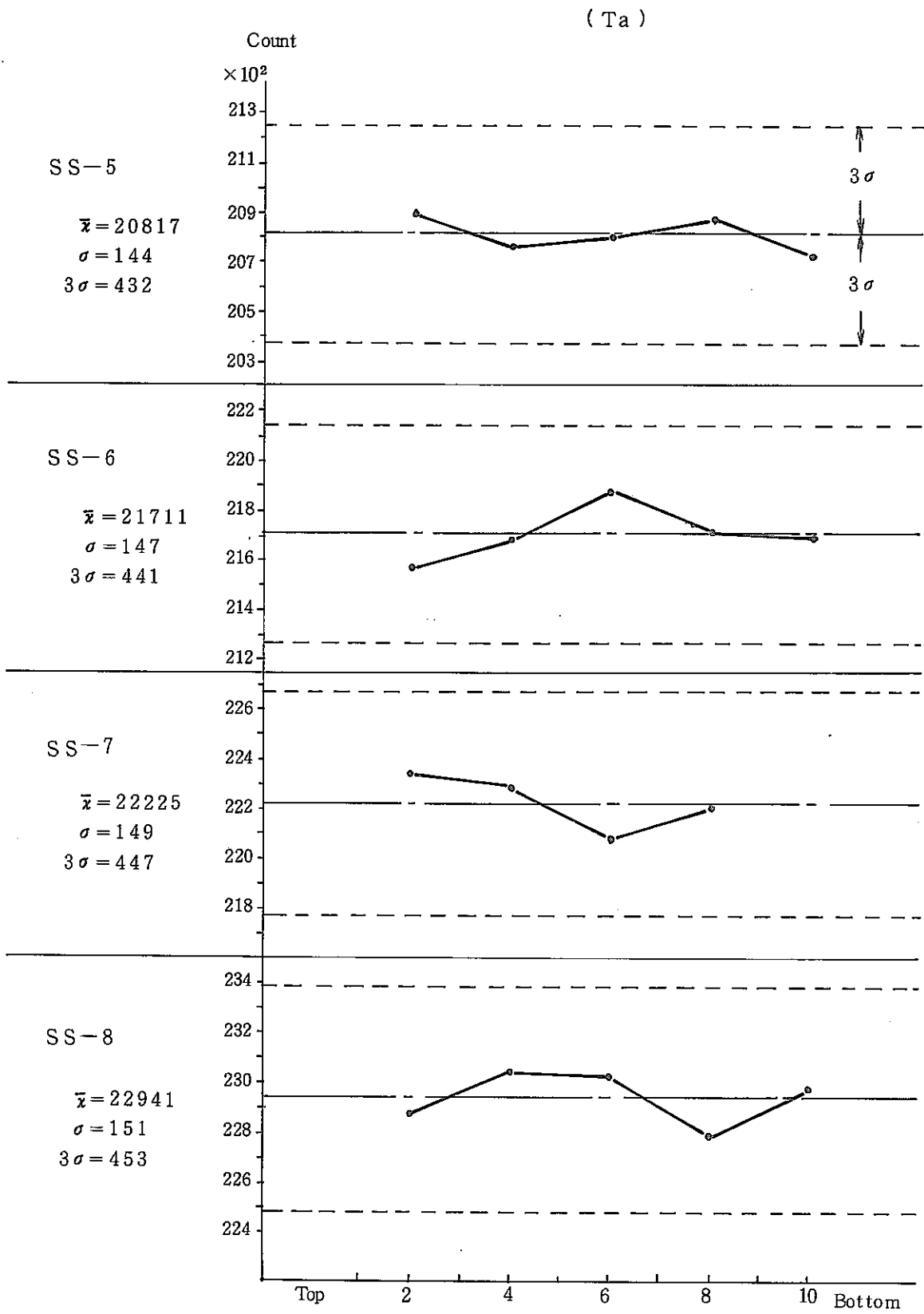


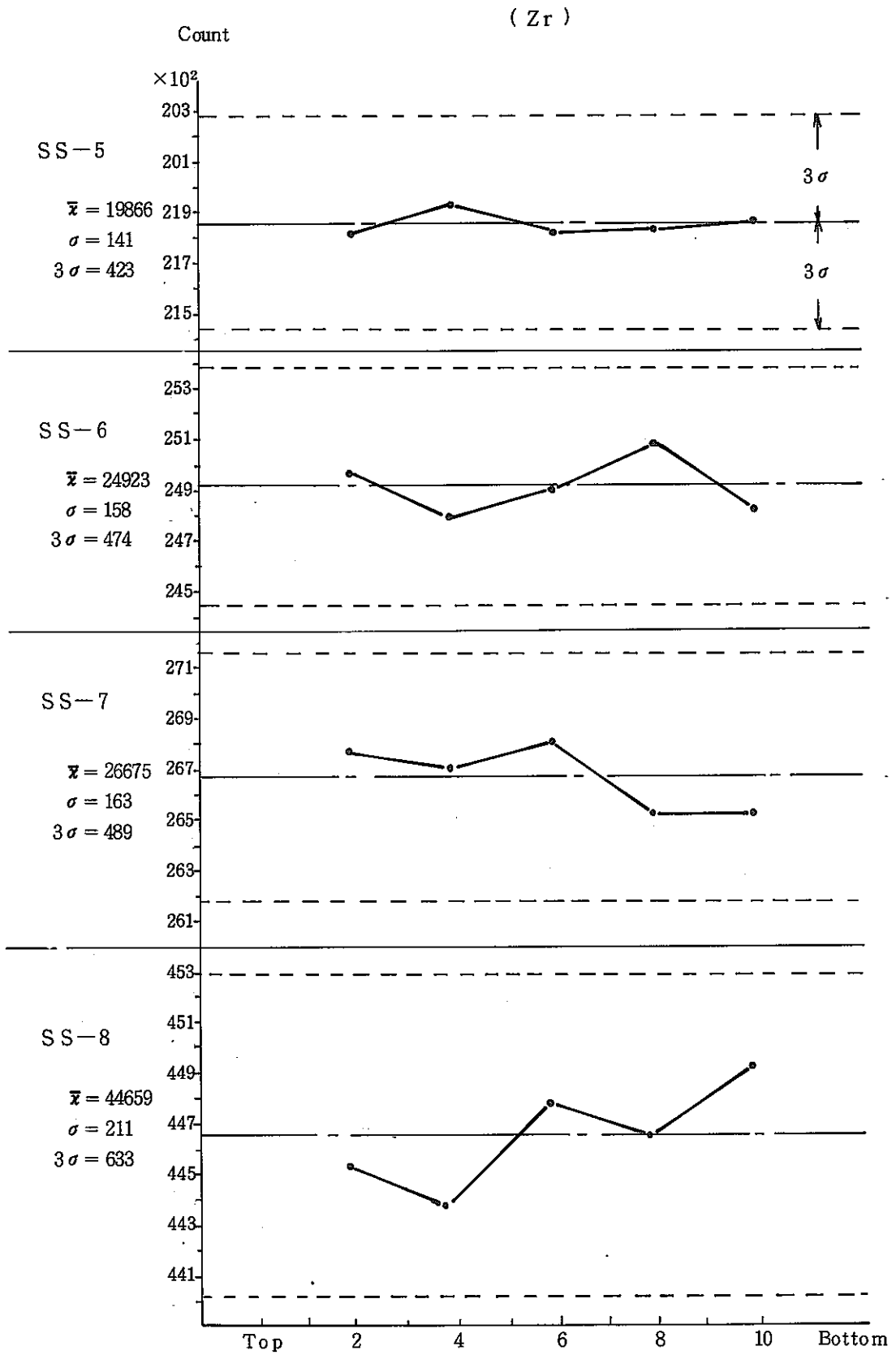
(S n)



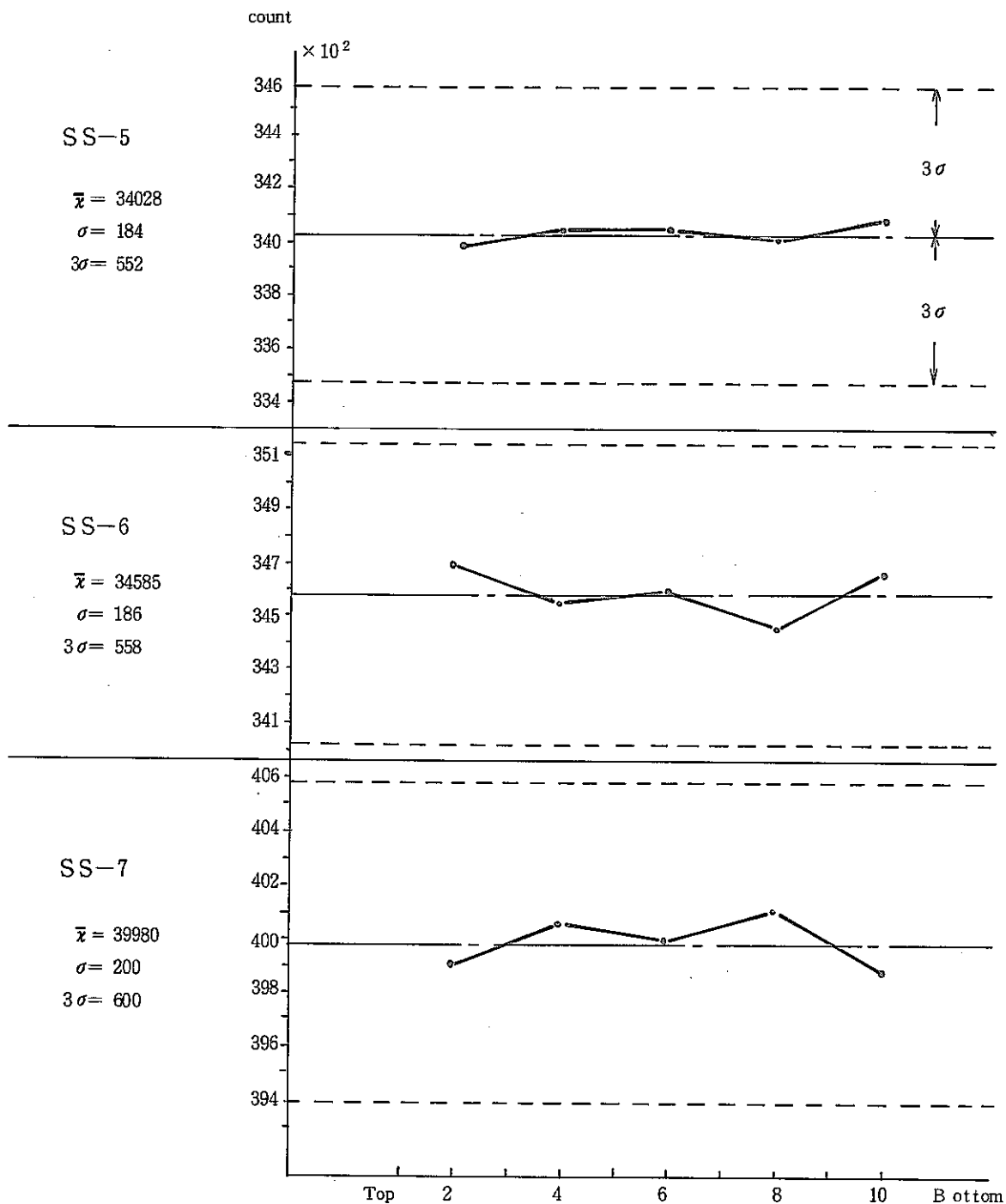
(Sn)



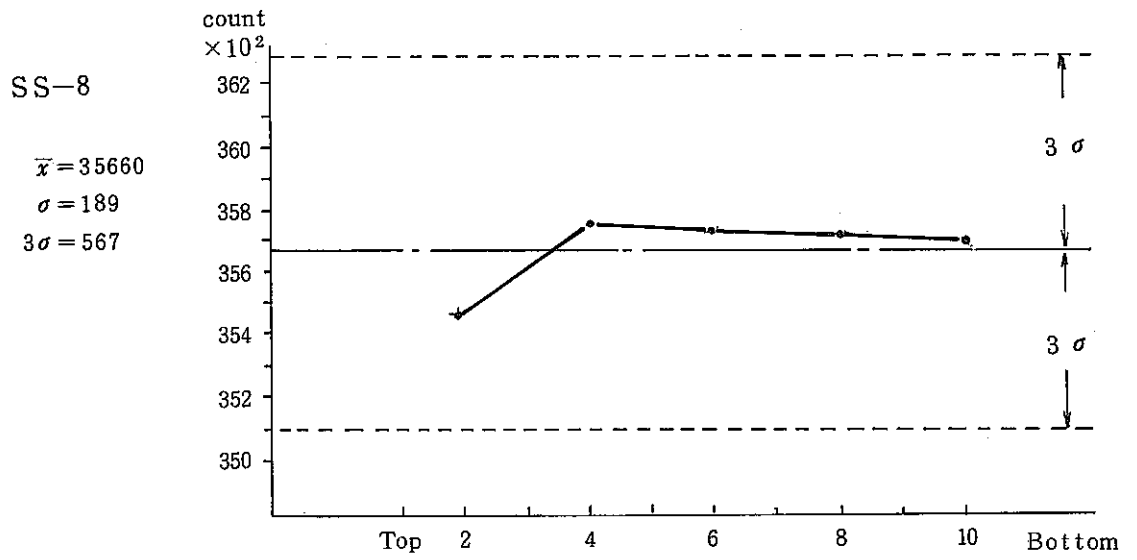




(Sb)



(Sb)



3-3 共同分析にもちいた分析方法

表-6に共同分析にもちいた分析方法を示した。大部分の分析方法はJIS法に従い実施したが、JIS法にない元素又は測定範囲等に問題がある元素については、3社分析技術研究会で共同研究し、確立した方法をもちいた。それはイオン交換分離-テトラフェニルアルソニウムクロライド抽出光度法によるタングステンの定量、よう化テトラ-n-ヘキシルアンモニウム-MIBK抽出原子吸光法によるスズの定量、ビクトリアブルーB光度法によるタンタルの定量、イオン交換分離-アルセナゾⅢ光度法によるジルコニウムの定量、NBPHA-クロロホルム抽出光度法によるバナジウムの定量などである。これらの分析法は日常分析法として採用しており、最も得意とする方法で共同分析を実施した。

表-6 分析方法一覧表

分析元素	分 析 方 法	適 用 範 囲 (%)
C	電 量 測 定 法	0.001~7.5
	電 気 伝 導 度 法	〃
	赤 外 吸 収 法	0.002以上
Si	モリブデン青吸光光度法	0.01~ 1.0
	二酸化けい素重量法	0.1 以 上
Mn	過よう素酸ナトリウム酸化過マンガン酸吸光光度法	0.1 ~ 2.0
	原子吸光分析法	0.001~3.0
P	モリブデン青吸光光度法	0.001~0.5
S	電量測定法	0.001~5.0
	燃焼中和滴定法	0.005以上
Ni	ジメチルグリオキシム分離定量法	0.1 以 上
Cr	過硫酸アンモニウム酸化過マンガン酸カリウム滴定法	0.1 以 上
Mo	直接吸光光度法	0.03 以 上
	原子吸光分析法	1.0 ~ 6.0
Co	α -ニトロソ- β -ナフトール抽出吸光光度法	0.005~0.04
	原子吸光分析法	0.005以上
	ニトロソR塩吸光光度法	0.002~0.5

分析元素	分 析 方 法	適 用 範 圍 (%)
B	蒸留分離-クルクミン吸光光度法	0.0001以上
	メチレン青抽出吸光光度法	0.0015以上
N	蒸留中和滴定法	0.001以上
	不活性ガス融解-熱伝導度法	0.0001~0.1
Cu	DDTC抽出吸光光度法	0.002~0.8
	ネオクプロイン抽出吸光光度法	0.0005~0.5
	原子吸光分析方法	0.001以上
Ti	TOPO抽出-チオシアン酸塩吸光光度法	0.0001~0.1
	ジアンチピリルメタン吸光光度法	0.002~2.0
V	N-BPHA抽出吸光光度法	0.0001以上
	原子吸光分析方法	0.005~3.5
Nb	イオン交換分離-キシレノールオレンジ吸光光度法	0.001~0.4
	フィチン分離-スルホクロロフェノールS抽出吸光光度法	0.003~1.2
As	よう化ひ素抽出モリブデン青吸光光度法	0.001~0.1
Al	イオン交換分離-原子吸光法	0.001~2.0
W	TPAC抽出吸光光度法	0.01~1.0
	チオシアン酸吸光光度法	
Sn	よう化テトラ-n-ヘキシルアンモニウム-MIBK抽出原子吸光法	0.0005~0.07
	TOA抽出-原子吸光法	
Ta	ビクトリアブルーB-ベンゼン抽出吸光光度法	0.001~0.2
Zr	イオン交換分離-アルセナゾⅢ吸光光度法	0.0005~0.003
	ローダミンB抽出吸光光度法	
Sb	よう化テトラ-n-ヘキシルアンモニウム-MIBK抽出原子吸光法	0.0005~0.05

3-4 共同分析結果と表示値

原子炉材料ジルコニウム合金の製造メーカーである住金，神鋼と購入者である動燃とで分析技術の向上を図る目的で発足している3社分析技術研究会において，製作した標準試料の表示値を決定するため化学分析による共同分析を実施した。共同分析を始める前に3社分析技術研究会で表示値決定の方法を協議した。それは1). 適用する分析方法の確認 2). 共通試料での共同分析 3). 分析結果の計算の仕方 4). 棄却検定の方法 5). 表示値決定の方法等である。共同分析結果は表-7および表-8に示したが，動燃，住友金属工業(株)中央技術研究所と，その事業所ならびに(株)神戸製鋼所中央研究所とその事業所で実施した。その結果分析所間の分析値の有意差は認められず，良く一致した分析値が得られた。表示値の決定にあたっては3社分析技術研究会であらかじめ協議した内容に従い，化学分析による共同分析値をもって表示値を決定した。この表示値を表-9に示した。

表-7. SUS-316 標準試料の共同分析結果 (SS-1)

(単位 %)

元素 表示値 分析所	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	V	Co	Ti	Al	As	B	N	Nb
	0.041	0.036	1.00	0.028	0.010	0.001	9.04	14.91	3.89	0.001	0.007	0.003	0.002	0.009	0.0022	0.0041	<0.002
1	0.041	0.036	1.01	0.029	0.010	<0.001	8.99	14.93	3.90	0.001	0.009	0.002	0.004	0.009	0.0023	0.0041	<0.001
	0.041	0.035	1.01	0.029	0.009	<0.001	8.95*	14.90	3.90	0.001	0.010	0.002	0.004	0.010	0.0024	0.0043	<0.001
	0.041	0.036	1.01	0.028	0.009	<0.001	8.92*	14.92	3.86	0.001	0.008	0.002	0.004	0.010	0.0021	0.0041	<0.001
	0.041	0.036	1.01	0.029	0.010	<0.001	9.00	14.88	3.87	0.001	0.008	0.002	0.004	0.010	0.0021	0.0041	<0.001
2	0.042	0.038	1.01	0.027	0.008	<0.001	9.00	15.02	3.96	0.001	0.007	0.003	0.002	0.010	0.0020	0.0035	<0.002
	0.039	0.037	1.02	0.028	0.009	<0.001	9.00	14.96	3.98	0.001	0.006	0.003	0.002	0.010	0.0020	0.0037	<0.002
	0.042	0.038	1.01	0.026	0.008	<0.001	9.04	15.04	3.96	0.001	0.007	0.003	0.002	0.010	0.0021	0.0037	<0.002
	0.039	0.039	1.02	0.028	0.009	<0.001	9.08	14.93	4.02	0.001	0.006	0.003	0.003	0.011	0.0021	0.0036	<0.002
3	0.040	0.037	1.00	0.028	0.010	<0.001	9.03	15.10	3.90	0.001	0.008	0.002	0.002	0.008	0.0020	0.0040	<0.002
	0.040	0.035	1.00	0.028	0.009	<0.001	9.05	15.00	3.85	0.001	0.009	0.002	0.003	0.009	0.0020	0.0042	<0.002
	0.041	0.037	1.00	0.029	0.009	<0.001	9.03	15.00	3.90	0.001	0.008	0.003	0.002	0.008	0.0021	0.0039	<0.002
	0.041	0.035	1.00	0.028	0.009	<0.001	9.06	14.95	3.85	0.001	0.009	0.003	0.003	0.009	0.0020	0.0041	<0.002
4	0.041	0.036	1.00	0.030	0.011	0.001	9.06	14.82	3.86	0.001	0.008	0.006	0.002	0.008	0.0026	0.0045	<0.001
	0.040	0.034	1.01	0.029	0.011	0.001	9.02	14.82	3.87	0.002*	0.008	0.006	0.001	0.007	0.0025	0.0046	<0.001
	0.041	0.035	1.00	0.028	0.010	0.001	9.08	14.89	3.88	0.001	0.008	0.006	0.002	0.008	0.0024	0.0045	<0.001
	0.041	0.036	1.01	0.029	0.011	0.001	9.08	14.88	3.88	0.001	0.008	0.005	0.001	0.007	0.0026	0.0045	<0.001
5	0.042	0.034	1.00	0.028	0.009	0.001	9.02	14.82	3.74	0.001	0.005	0.004	0.002	0.009	0.0019		<0.001
	0.043	0.034	1.00	0.028	0.009	0.001	9.08	14.85	3.76	0.001	0.005	0.004	0.002	0.008	0.0020		<0.001
	0.042	0.034	1.00	0.029	0.009	0.001	9.02	14.88	3.80	0.001	0.005	0.003	0.002	0.008	0.0020		<0.001
	0.042	0.035	1.00	0.028	0.009	0.001	9.08	14.84	3.76	0.001	0.005	0.004	0.002	0.008	0.0019		<0.001
6	0.042	0.036	0.97	0.027	0.010		9.02	14.92	3.94		0.003						<0.001
	0.043	0.036	0.99	0.027	0.010		9.02	14.95	3.98		0.004						<0.001
	0.043	0.035	0.97	0.027	0.010		9.14	14.81	4.02		0.003						<0.001
	0.042	0.037	0.99	0.027	0.010		9.07	14.82	3.98		0.005						<0.001
\bar{x}	0.0411	0.0358	1.001	0.0280	0.0095	0.001	9.040	14.913	3.892	0.0010	0.0067	0.0034	0.0024	0.0088	0.00215	0.00408	0.0014
σ	0.0011	0.0013	0.012	0.0009	0.0008		0.041	0.078	0.078	0.0002	0.0019	0.0013	0.0009	0.0011	0.00022	0.00034	0.0005

1 : 動燃 3 : 住金鋼管 5 : 神鋼高砂 * : DIXONの棄却検定で棄却された分析値
 2 : 住金中研 4 : 神鋼中研 6 : 神鋼神戸

(SS-2)

(单位%)

元素 表示 分析所	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	V	Co	Ti	Al	As	B	N	Nb
	0.053	0.49	1.47	0.029	0.009	0.082	11.05	16.82	2.85	0.055	0.052	0.061	0.035	0.008	0.0022	0.0046	0.025
1	0.053	0.485	1.47	0.029	0.009	0.080	10.92	16.82	2.88	0.053	0.048	0.060	0.033	0.008	0.0027	0.0043	0.022
	0.053	0.487	1.47	0.029	0.010	0.082	10.93	16.81	2.90	0.053	0.049	0.060	0.033	0.008	0.0026	0.0043	0.022
	0.052	0.491	1.47	0.029	0.009	0.080	10.94	16.78	2.87	0.054	0.052	0.061	0.032	0.008	0.0023	0.0042	0.021
	0.052	0.487	1.47	0.029	0.010	0.081	10.97	16.88	2.84	0.053	0.053	0.061	0.033	0.008	0.0023	0.0045	0.022
2	0.052	0.482	1.49	0.026	0.009	0.080	10.98	17.02	2.97	0.060	0.051	0.054	0.035	0.009	0.0020	0.0045	0.026
	0.052	0.487	1.52	0.028	0.009	0.083	11.05	16.84	2.92	0.056	0.051	0.056	0.035	0.009	0.0021	0.0046	0.025
	0.052	0.483	1.49	0.031	0.009	0.082	10.99	16.90	2.94	0.059	0.051	0.058	0.035	0.009	0.0021	0.0045	0.025
	0.052	0.493	1.52	0.028	0.009	0.084	11.08	16.87	2.88	0.056	0.052	0.059	0.036	0.009	0.0019	0.0047	0.025
3	0.051	0.472	1.47	0.029	0.008	0.084	11.07	16.90	2.89	0.058	0.057	0.061	0.035	0.008	0.0021	0.0043	0.022
	0.052	0.481	1.47	0.028	0.009	0.083	11.10	16.85	2.91	0.056	0.056	0.061	0.035	0.009	0.0020	0.0045	0.021
	0.052	0.469	1.47	0.029	0.008	0.084	11.07	16.90	2.89	0.058	0.057	0.061	0.035	0.008	0.0021	0.0044	0.021
	0.052	0.481	1.47	0.027	0.009	0.086	11.08	16.95	2.92	0.056	0.058	0.061	0.035	0.009	0.0020	0.0045	0.021
4	0.052	0.517	1.45	0.030	0.010	0.083	11.07	16.78	2.81	0.055	0.053	0.063	0.034	0.008	0.0026	0.0051	0.026
	0.053	0.517	1.46	0.030	0.011	0.082	11.05	16.73	2.80	0.055	0.054	0.062	0.034	0.006	0.0026	0.0048	0.027
	0.053	0.507	1.45	0.032	0.011	0.081	11.08	16.75	2.80	0.055	0.053	0.065	0.035	0.007	0.0024	0.0050	0.024
	0.053	0.507	1.45	0.032	0.011	0.083	11.05	16.76	2.82	0.054	0.054	0.062	0.036	0.007	0.0024	0.0047	0.028
5	0.052	0.467	1.46	0.029	0.009	0.081	11.04	16.86	2.74	0.050	0.050	0.063	0.035	0.006	0.0021		0.027
	0.052	0.472	1.48	0.029	0.009	0.082	11.08	16.75	2.77	0.050	0.051	0.064	0.035	0.006	0.0020		0.028
	0.052	0.467	1.46	0.030	0.009	0.081	11.07	16.84	2.77	0.049	0.050	0.063	0.036	0.006	0.0021		0.030
	0.051	0.479	1.48	0.029	0.009	0.083	11.07	16.92	2.76	0.050	0.050	0.063	0.035	0.006	0.0021		0.029
6	0.055	0.504	1.44	0.028	0.010		11.10	16.71	2.78		0.052						
	0.056	0.519	1.45	0.029	0.010		11.22	16.72	2.83		0.059						
	0.055	0.504	1.45	0.028	0.010		11.22	16.69	2.83		0.049						
	0.054	0.513	1.45	0.028	0.010		11.07	16.71	2.83		0.046						
\bar{x}	0.0526	0.4904	1.469	0.0290	0.0094	0.0822	11.054	16.822	2.847	0.0545	0.0523	0.0609	0.0346	0.0077	0.00222	0.00455	0.0246
σ	0.0012	0.0166	0.020	0.0013	0.0008	0.0015	0.074	0.086	0.062	0.0031	0.0032	0.0026	0.0011	0.0012	0.00024	0.00024	0.0030

SN841-80-04

(S S - 3)

(单位%)

元素 表示值 分析所	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	V	Co	Ti	Al	As	B	N	Nb
	0.011	1.05	2.09	0.030	0.015	0.210	13.37	19.88	2.09	0.114	0.207	0.100	0.037	0.007	0.0031	0.0122	0.052
1	0.010	1.036	2.10	0.030	0.015	0.207	13.23	19.90	2.08	0.113	0.201	0.096	0.033	0.007	0.0027	0.0123	0.052
	0.010	1.020	2.10	0.030	0.015	0.200	13.26	19.86	2.10	0.115	0.202	0.095	0.033	0.008	0.0029	0.0124	0.057
	0.010	1.040	2.11	0.031	0.014	0.202	13.35	19.85	2.09	0.115	0.199	0.096	0.033	0.008	0.0026	0.0124	0.052
	0.010	1.018	2.11	0.030	0.015	0.206	13.22	19.87	2.10	0.114	0.201	0.096	0.033	0.007	0.0026	0.0126	0.053
2	0.009	1.057	2.18	0.030	0.015	0.213	13.29	20.12	2.18	0.117	0.218	0.100	0.040	0.007	0.0030	0.0116	0.054
	0.009	1.063	2.13	0.030	0.015	0.214	13.36	19.97	2.16	0.114	0.222	0.096	0.041	0.007	0.0028	0.0119	0.053
	0.009	1.041	2.13	0.030	0.015	0.209	13.31	20.05	2.18	0.116	0.220	0.100	0.040	0.007	0.0031	0.0118	0.053
	0.010	1.053	2.13	0.030	0.016	0.213	13.38	20.06	2.12	0.112	0.212	0.097	0.038	0.008	0.0029	0.0117	0.053
3	0.010	1.049	2.05	0.030	0.015	0.210	13.46	19.95	2.09	0.117	0.220	0.097	0.037	0.007	0.0030	0.0118	0.051
	0.010	1.058	2.07	0.030	0.015	0.210	13.47	20.00	2.07	0.116	0.212	0.095	0.036	0.008	0.0030	0.0115	0.049
	0.011	1.049	2.04	0.030	0.015	0.210	13.40	20.05	2.10	0.116	0.220	0.100	0.037	0.007	0.0031	0.0125	0.048
	0.011	1.052	2.07	0.030	0.015	0.216	13.44	19.95	2.10	0.116	0.214	0.100	0.036	0.008	0.0030	0.0125	0.049
4	0.012	1.077	2.06	0.031	0.015	0.210	13.39	19.84	2.07	0.107	0.205	0.101	0.038	0.007	0.0036	0.0122	0.050
	0.012	1.049	2.08	0.030	0.015	0.210	13.36	19.84	2.07	0.109	0.204	0.102	0.036	0.006	0.0034	0.0124	0.057
	0.012	1.037	2.07	0.031	0.015	0.214	13.34	19.84	2.07	0.107	0.205	0.107	0.038	0.007	0.0035	0.0124	0.051
	0.011	1.061	2.08	0.031	0.015	0.212	13.44	19.81	2.07	0.109	0.208	0.109	0.036	0.006	0.0034	0.0128	0.054
5	0.012	1.075	2.12	0.029**	0.014	0.215	13.46	19.84	2.04	0.110	0.195	0.105	0.037	0.006	0.0031		0.051
	0.012	1.037	2.10	0.030	0.014	0.210	13.49	19.73	2.04	0.118	0.200	0.102	0.039	0.006	0.0031		0.051
	0.012	1.094	2.11	0.031	0.014	0.215	13.47	19.79	2.06	0.115	0.195	0.106	0.037	0.006	0.0031		0.051
	0.012	1.108**	2.10	0.030	0.014	0.210	13.49	19.77	2.05	0.116	0.220	0.103	0.036	0.006	0.0031		0.052
6	0.012	1.035	2.05	0.030	0.017		13.32	19.69	2.08		0.199						
	0.010	1.055	2.05	0.030	0.016		13.29	19.73	2.06		0.203						
	0.011	1.035	2.06	0.030	0.016		13.36	19.76	2.08		0.199						
	0.010	1.048	2.06	0.030	0.016		13.41	19.80	2.05		0.206						
\bar{x}	0.0107	1.0495	2.090	0.0302	0.0150	0.2103	13.374	19.877	2.087	0.1136	0.2066	0.1001	0.0367	0.0069	0.00305	0.01217	0.0520
σ	0.0010	0.0176	0.034	0.0304	0.0007	0.0041	0.084	0.117	0.038	0.0034	0.0084	0.0042	0.0024	0.0008	0.00026	0.00040	0.0023

SN841-80-04

(S S - 4)

(單位%)

分析所	元素	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	V	Co	Ti	Al	As	B	N	Nb
	表示值	0.049	1.49	2.45	0.026	0.009	0.394	15.17	19.89	1.05	0.303	0.208	0.240	0.118	0.007	0.0028	0.0051	0.119
1	0.050	1.444	2.44	0.024※	0.009	0.389	14.94	19.92	1.03	0.305	0.210	0.231	0.124	0.006	0.0033	0.0059	0.116	
	0.050	1.454	2.45	0.025	0.009	0.386	15.07	19.88	1.02	0.305	0.207	0.228	0.121	0.006	0.0032	0.0055	0.113	
	0.049	1.446	2.46	0.025	0.009	0.389	15.06	19.93	1.05	0.306	0.204	0.233	0.120	0.006	0.0031	0.0054	0.114	
	0.050	1.467	2.45	0.025	0.009	0.387	15.02	19.90	1.07	0.304	0.207	0.229	0.120	0.006	0.0031	0.0058	0.113	
2	0.049	1.486	2.50	0.025	0.009	0.395	15.11	20.08	1.10	0.304	0.206	0.246	0.122	0.007	0.0025	0.0046	0.121	
	0.049	1.494	2.50	0.026	0.009	0.392	15.20	19.93	1.12	0.315	0.212	0.248	0.117	0.008	0.0026	0.0048	0.123	
	0.050	1.503	2.50	0.025	0.009	0.397	15.11	20.23	1.10	0.304	0.206	0.241	0.121	0.007	0.0024	0.0047	0.120	
	0.048	1.481	2.50	0.026	0.009	0.390	15.18	20.15	1.12	0.317	0.218	0.247	0.115	0.008	0.0026	0.0047	0.125	
3	0.047	1.510	2.42	0.026	0.009	0.390	15.37	19.75	1.07	0.315	0.220	0.230	0.115	0.007	0.0025	0.0044	0.127	
	0.048	1.540	2.45	0.026	0.009	0.390	15.30	20.00	1.05	0.310	0.212	0.233	0.115	0.007	0.0024	0.0047	0.125	
	0.048	1.524	2.42	0.026	0.009	0.390	15.34	19.90	1.06	0.315	0.230	0.233	0.116	0.007	0.0024	0.0046	0.120	
	0.047	1.544	2.45	0.026	0.009	0.395	15.28	20.00	1.05	0.320	0.212	0.233	0.116	0.008	0.0024	0.0048	0.125	
4	0.047	1.467	2.48	0.026	0.009	0.398	15.14	19.84	1.03	0.295	0.210	0.243	0.117	0.006	0.0030	0.0053	0.125	
	0.048	1.463	2.45	0.026	0.009	0.399	15.12	19.84	1.04	0.279	0.210	0.243	0.115	0.007	0.0028	0.0053	0.118	
	0.047	1.507	2.47	0.026	0.009	0.397	15.12	19.88	1.04	0.292	0.208	0.244	0.110	0.006	0.0030	0.0054	0.130	
	0.047	1.500	2.45	0.026	0.009	0.398	15.13	19.84	1.03	0.296	0.208	0.245	0.118	0.007	0.0029	0.0053	0.125	
5	0.048	1.515	2.44	0.026	0.009	0.394	15.26	19.68	1.02	0.288	0.197	0.244	0.114	0.006	0.0028		0.110	
	0.049	1.519	2.44	0.025	0.009	0.400	15.28	19.80	1.01	0.290	0.203	0.247	0.121	0.007	0.0027		0.118	
	0.049	1.491	2.44	0.026	0.009	0.400	15.21	19.86	1.02	0.295	0.199	0.246	0.120	0.007	0.0026		0.108	
	0.050	1.529	2.46	0.027※	0.009	0.397	15.28	19.81	1.00	0.295	0.203	0.252	0.122	0.007	0.0027		0.106	
6	0.048	1.486	2.41	0.025	0.010		15.07	19.83	1.04		0.202							
	0.049	1.486	2.41	0.026	0.010		15.24	19.83	1.04		0.208							
	0.050	1.487	2.41	0.026	0.010		15.19	19.76	1.04		0.202							
	0.050	1.488	2.41	0.026	0.010		15.07	19.76	1.03		0.200							
\bar{x}	0.0486	1.4929	2.450	0.0256	0.0091	0.3936	15.170	19.891	1.049	0.3025	0.2075	0.2398	0.1179	0.0068	0.00275	0.00507	0.1191	
σ	0.0011	0.0276	0.027	0.0005	0.0004	0.0045	0.108	0.127	0.033	0.0110	0.0055	0.0076	0.0035	0.0007	0.00028	0.00046	0.0068	

SN841-80-04

表-8 SUS-316 標準試料の共同分析結果 (SS-5)

(単位%)

元素 表示 分析所	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	W	As	Sn	Ta	Zr	Sb	B	N	O
	0.042	0.50	1.70	0.011	0.007	13.39	17.36	2.47	<0.005	<0.003	0.001	<0.001	0.008	<0.0002	<0.0001	0.0049	0.0064
1	0.042	0.49	1.69	0.010	0.008	13.29	17.47	2.41	<0.001	0.002	0.001	<0.001	0.005	<0.0001	<0.0001	0.0051	0.0064
	0.042	0.49	1.68	0.010	0.008	13.30	17.34	2.42	<0.001	0.002	0.001	<0.001	0.005	<0.0001	<0.0001	0.0052	
	0.042	0.49	1.70	0.010	0.008	13.19	17.36	2.44	<0.001	0.002	0.001	<0.001	0.006	<0.0001	<0.0001	0.0054	0.0071
	0.042	0.49	1.70	0.010	0.010※	13.35	17.45	2.44	<0.001	0.003	0.001	<0.001	0.006	<0.0001	<0.0001	0.0051	
2	0.045	0.51	1.68	0.010	0.007	13.42	17.33	2.43	0.002	0.002	0.001	<0.001	0.010	0.0002	<0.0001	0.0064	0.0063
	0.044	0.51	1.66	0.010	0.007	13.42	17.33	2.46	0.001	0.003	0.001	<0.001	0.010	0.0002	<0.0001	0.0058	
	0.044	0.52	1.68	0.011	0.007	13.45	17.34	2.46	0.002	0.003	0.001	<0.001	0.010	0.0002	<0.0001	0.0050	0.0067
	0.043	0.51	1.68	0.010	0.007	13.42	17.34	2.45	0.001	0.002	0.001	<0.001	0.010	0.0002	<0.0001	0.0051	
3	0.041	0.50	1.71	0.010	0.007	13.35	17.32	2.47	0.002	0.001	0.001	<0.001	0.009	<0.0001	<0.0001	0.0043	0.0062
	0.039	0.51	1.71	0.011	0.005※	13.33	17.35	2.50	0.004	0.001	0.001	<0.001	0.008	<0.0001	<0.0001	0.0044	
	0.041	0.51	1.72	0.011	0.007	13.41	17.36	2.47	0.002	0.001	0.001	<0.001	0.009	<0.0001	<0.0001	0.0044	0.0061
	0.042	0.51	1.74	0.012	0.006	13.34	17.36	2.49	0.004	0.001	0.001	<0.001	0.008	<0.0001	<0.0001	0.0048	
4	0.042	0.50	1.70	0.011	0.007	13.43	17.35	2.53	<0.005	<0.002	0.001	<0.001	0.007	<0.0002	0.0001	0.0041	0.0060
	0.043	0.50	1.71	0.011	0.007	13.55	17.45	2.52	<0.005	<0.002	0.001	<0.001	0.007	<0.0002	0.0001	0.0042	
	0.043	0.50	1.70	0.011	0.007	13.47	17.30	2.53	<0.005	<0.002	0.001	<0.001	0.007	<0.0002	0.0001	0.0044	0.0061
	0.043	0.50	1.71	0.011	0.007	13.51	17.35	2.52	<0.005	<0.002	0.001	<0.001	0.007	<0.0002	0.0001	0.0045	
\bar{x}	0.0424	0.502	1.698	0.0106	0.0071	13.389	17.362	2.471	<0.005	<0.003	0.001	<0.001	0.0077	<0.0002	<0.0001	0.00488	0.00636
σ	0.0014	0.009	0.019	0.0006	0.005	0.090	0.049	0.040					0.0018			0.00063	0.00037

1:動燃 3:住金中研 ※ DIXONの棄却検定で棄却された分析値

2:神鋼中研 4:住金鋼管 () 参考値

(S S - 6)

(單位 %)

分析所	元素表示値																
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	W	As	Sn	Ta	Zr	Sb	B	N	O
	0078	050	167	0020	0012	1352	1739	250	0010	0011	0010	0004	0017	00010	00013	00126	00054
1	0078	050	166	0019	0012	1340	1744	243	0010	0013	0010	0004	0017	00009	00014	00123	00055
	0078	049	166	0019	0012	1337	1741	244	0010	0013	0010	0004	0016	00009	00012	00125	
	0078	049	166	0019	0012	1338	1734	245	0010	0014	0010	0004	0016	00009	00013	00124	
	0078	049	166	0019	0012	1344	1746	243	0010	0014	0010	0004	0018	00010	00013	00126	
2	0080	051	166	0020	0013	1354	1737	253	0011	0011	0010	0004	0018	00011	00014	00125	00056
	0081	052	164	0020	0013	1354	1735	249	0011	0011	0010	0004	0018	00010	00013	00124	
	0079	051	166	0021	0012	1359	1737	247	0012	0011	0010	0004	0019	00010	00013	00128	
	0078	051	168	0020	0012	1352	1735	248	0011	0010	0011※	0004	0018	00010	00012	00128	
3	0075	051	169	0019	0012	1351	1738	251	0012	0010	0010	0004	0016	00010	00013	00129	00051
	0078	051	168	0020	0009※	1354	1738	249	0010	0010	0010	0004	0017	00010	00012	00127	
	0075	050	166	0019	0013	1356	1738	250	0012	0010	0010	0004	0017	00011	00013	00125	
	0076	052	170	0020	0010※	1353	1740	253	0012	0010	0010	0004	0017	00010	00011	00125	
4	0080	050	169	0022	0012	1356	1735	257	0009	0010	0010	0004	0016	00010	00013	00128	00051
	0080	050	168	0021	0012	1362	1740	255	0010	0010	0010	0004	0016	00009	00014	00127	
	0080	050	169	0022	0012	1363	1740	256	0009	0010	0010	0004	0016	00010	00013	00123	
	0079	050	168	0022	0012	1364	1750	252	0009	0010	0011※	0004	0015	00010	00013	00125	
\bar{x}	00783	0504	1672	00201	00122	13523	17392	2497	00105	00110	0010	0004	00169	000098	000128	001258	000528
σ	00018	0010	0016	00011	00004	0085	0044	0045	00011	00015	0	0	00011	000006	000008	000019	000024

(S S - 7)

(單位 %)

分析所	元素	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	W	As	Sn	Ta	Zr	Sb	B	N	O
	表示値	0.101	0.51	1.67	0.031	0.024	13.47	17.42	2.51	0.022	0.018	0.020	0.008	0.020	0.0185	0.0025	0.0204	0.0036
1	0.099	0.50	1.66	0.030	0.023	13.51	17.44	2.52	0.020	0.017	0.018	0.007	0.017	0.0189	0.0023	0.0193	0.0036	
	0.099	0.50	1.67	0.029	0.023	13.33	17.32	2.50	0.021	0.018	0.020	0.008	0.019	0.0194	0.0024	0.0195		
	0.099	0.50	1.67	0.030	0.023	13.28	17.31	2.53	0.020	0.019	0.018	0.007	0.020	0.0189	0.0025	0.0198		0.0037
	0.099	0.49	1.67	0.029	0.023	13.43	17.35	2.52	0.021	0.018	0.020	0.007	0.019	0.0179	0.0024	0.0194		
2	0.100	0.51	1.66	0.032	0.024	13.48	17.42	2.49	0.022	0.017	0.020	0.010	0.021	0.0168	0.0024	0.0213	0.0031	
	0.102	0.52	1.66	0.032	0.024	13.38	17.39	2.50	0.023	0.017	0.020	0.010	0.022	0.0168	0.0026	0.0208		
	0.100	0.52	1.68	0.032	0.024	13.54	17.43	2.52	0.022	0.017	0.020	0.010	0.021	0.0170	0.0027	0.0208	0.0032	
	0.100	0.51	1.66	0.031	0.023	13.49	17.42	2.45	0.023	0.018	0.020	0.011	0.021	0.0168	0.0026	0.0207		
3	0.104	0.52	1.65	0.030	0.025	13.43	17.45	2.50	0.022	0.019	0.022	0.006	0.021	0.0200	0.0024	0.0207	0.0035	
	0.105	0.51	1.69	0.030	0.026	13.44	17.51	2.51	0.024	0.018	0.021	0.005	0.020	0.0190	0.0023	0.0209		
	0.105	0.51	1.67	0.030	0.025	13.40	17.48	2.51	0.022	0.019	0.022	0.007	0.021	0.0200	0.0024	0.0204	0.0038	
	0.104	0.52	1.70	0.030	0.023	13.43	17.47	2.50	0.024	0.018	0.022	0.006	0.021	0.0200	0.0023	0.0208		
4	0.102	0.51	1.69	0.034	0.024	13.56	17.40	2.53	0.019	0.018	0.020	0.008	0.019	0.0180	0.0025	0.0204	0.0039	
	0.101	0.51	1.68	0.033	0.023	13.62	17.45	2.50	0.020	0.019	0.021	0.008	0.020	0.0190	0.0025	0.0206		
	0.101	0.51	1.69	0.034	0.024	13.56	17.35	2.53	0.021	0.018	0.020	0.009	0.019	0.0180	0.0025	0.0206	0.0041	
	0.102	0.51	1.68	0.033	0.023	13.57	17.50	2.55	0.020	0.019	0.021	0.008	0.019	0.0190	0.0025	0.0202		
\bar{x}	0.1014	0.509	1.674	0.0312	0.0238	13.466	17.418	2.510	0.0215	0.0180	0.0203	0.0079	0.0200	0.01846	0.00245	0.02038	0.00361	
σ	0.0022	0.009	0.014	0.0017	0.0009	0.093	0.061	0.023	0.0015	0.0008	0.0012	0.0017	0.0013	0.00116	0.00012	0.00059	0.00034	

SN841-80-04

(S S - 8)

(單位%)

元素 表示值 分析所	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	W	As	Sn	Ta	Zr	Sb	B	N	O
	0.135	0.51	1.68	0.040	0.032	13.50	17.42	2.50	0.030	0.033	0.029	0.014	0.058	0.0030	0.0037	0.0312	0.0041
1	0.134	0.51	1.68	0.038	0.032	13.36	17.37	2.50	0.030	0.031	0.028	0.012	0.057	0.0031	0.0036	0.0311	0.0039
	0.133	0.51	1.67	0.036	0.030	13.45	17.37	2.51	0.030	0.036	0.028	0.013	0.059	0.0030	0.0035	0.0311	
	0.132	0.51	1.65	0.037	0.030	13.43	17.35	2.50	0.030	0.033	0.029	0.013	0.061	0.0030	0.0034	0.0313	
	0.132	0.51	1.66	0.035	0.031	13.42	17.32	2.52	0.030	0.032	0.031	0.013	0.057	0.0028	0.0033	0.0312	
2	0.133	0.51	1.70	0.040	0.032	13.58	17.43	2.47	0.031	0.034	0.029	0.015	0.056	0.0029	0.0041	0.0315	0.0041
	0.132	0.53	1.68	0.041	0.032	13.60	17.40	2.45	0.031	0.034	0.030	0.014	0.056	0.0028	0.0042	0.0317	
	0.133	0.50	1.66	0.041	0.032	13.51	17.43	2.44	0.031	0.034	0.029	0.014	0.056	0.0030	0.0040	0.0322	
	0.133	0.52	1.66	0.040	0.031	13.52	17.40	2.45	0.031	0.034	0.029	0.013	0.057	0.0028	0.0042	0.0318	
3	0.137	0.52	1.67	0.041	0.033	13.44	17.47	2.51	0.031	0.030	0.029	0.015	0.061	0.0031	0.0037	0.0305	0.0043
	0.137	0.51	1.70	0.040	0.031	13.48	17.46	2.50	0.032	0.031	0.029	0.013	0.062	0.0032	0.0038	0.0309	
	0.134	0.53	1.69	0.038	0.033	13.41	17.46	2.49	0.032	0.030	0.029	0.015	0.060	0.0031	0.0035	0.0317	
	0.136	0.52	1.71	0.039	0.029	13.46	17.47	2.53	0.032	0.031	0.029	0.013	0.058	0.0033	0.0037	0.0314	
4	0.138	0.50	1.69	0.044	0.033	13.56	17.40	2.53	0.028	0.035	0.030	0.014	0.055	0.0030	0.0039	0.0303	0.0039
	0.138	0.51	1.68	0.042	0.033	13.62	17.50	2.55	0.029	0.035	0.029	0.013	0.057	0.0031	0.0038	0.0300	
	0.137	0.50	1.69	0.044	0.031	13.58	17.50	2.56	0.028	0.035	0.030	0.013	0.055	0.0030	0.0036	0.0311	
	0.138	0.51	1.68	0.042	0.031	13.60	17.45	2.50	0.029	0.035	0.030	0.013	0.055	0.0031	0.0036	0.0309	
\bar{x}	0.1348	0.512	1.679	0.0399	0.0315	13.501	17.424	2.501	0.0303	0.0331	0.0292	0.0135	0.0576	0.0030	0.00374	0.03116	0.00411
σ	0.0024	0.009	0.017	0.0026	0.0012	0.81	0.054	0.035	0.0013	0.0020	0.0008	0.0009	0.0023	0.00014	0.00028	0.00057	0.00022

SN841-80-04

表 - 9 S U S - 3 1 6 標 準 試 料 表 示 值

單位：%

Element Sample	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	V	Co	Ti	Al	As	Sn	Nb	Zr	W	Ta	Sb	B	N	O	
SS-1	0.041	0.036	1.00	0.028	0.010	0.001	9.04	14.91	3.89	0.001	0.007	0.003	0.002	0.009		<0.002					0.0022	0.0041		
SS-2	0.053	0.49	1.47	0.029	0.009	0.082	11.05	16.82	2.85	0.055	0.052	0.061	0.035	0.008		0.025					0.0022	0.0046		
SS-3	0.011	1.05	2.09	0.030	0.015	0.210	13.37	19.88	2.09	0.114	0.207	0.100	0.037	0.007		0.052					0.0031	0.0122		
SS-4	0.049	1.49	2.45	0.026	0.009	0.394	15.17	19.89	1.05	0.303	0.208	0.240	0.118	0.007		0.119					0.0028	0.0051		
SS-5	0.042	0.50	1.70	0.011	0.007		13.39	17.36	2.47					<0.003	0.001		0.008	<0.005	<0.001	<0.002	<0.001	0.0049	0.0064	
SS-6	0.078	0.50	1.67	0.020	0.012		13.52	17.39	2.50					0.011	0.010		0.017	0.010	0.004	0.0010	0.0013	0.0126	0.0053	
SS-7	0.101	0.51	1.67	0.031	0.024		13.47	17.42	2.51					0.018	0.020		0.020	0.022	0.008	0.0185	0.0025	0.0204	0.0036	
SS-8	0.135	0.51	1.68	0.040	0.032		13.50	17.42	2.50					0.033	0.029		0.058	0.030	0.014	0.0030	0.0037	0.0312	0.0041	

4. 機器分析への適用

表示値の決定した SUS-316 標準試料をもちいて、けい光 X 線分析法による測定条件、試料の調整法等を含め、3 社分析技術研究会で共同分析を実施し、迅速分析法として満足できることを実証した。

高速増殖炉「常陽 MK-II 用被覆管」の実試料は外径 $5.5 \text{ } \phi \text{ mm}$ 、内径 $4.8 \text{ } \phi \text{ mm}$ 、肉厚 0.35 mm と非常に径が細く、肉厚の薄い円筒状であるため、分析試料として、まず長さ 20 mm に切断し、一方を縦割りとし、つぎにラジオペンチ等をもちいて仮開管し、考案した平板化治具を使用し、プレス機 (30 ton) で平板化したのち、研磨調整し、けい光 X 線分析試料とした。分析方法は共同分析を数回くり返し、次のような方法を確立した。

また、高速増殖炉「常陽 MK-II 用被覆管」の実試料について、けい光 X 線分析結果と化学分析結果を比較したが、良く一致した結果を得ることができた。その結果を表 10 に示した。

表-10 化学分析法とけい光X線分析法による比較

試料と分析方法	元 素															
	As	Zr	Ta	Sn	W	Ni	Cr	Mo	Mn	Si	Co	Cu	Nb	Ti	V	
S-913	X線分析	0.004	0.002	0.001	0.001	0.005	1395	1639	255	166	0.51	0.007	0.03	<0.002	0.004	0.027
		0.004	0.001	0.001	0.001	0.005	1387	1640	256	166	0.51	0.006	0.03	<0.002	0.004	0.025
	化学分析	0.003	0.002	0.002	0.001	0.002	1398	1650	260	165	0.48	0.007	0.03	<0.002	0.008	0.027
		0.003	0.001	0.002	0.001	0.002	1396	1645	263	166	0.49	0.007	0.03	<0.002	0.007	0.025
K-160	X線分析	0.003	0.001	0.001	0.006	0.008	1386	1750	224	184	0.46	0.005	0.02	<0.002	0.004	0.020
		0.002	0.001	0.001	0.006	0.008	1386	1753	225	183	0.45	0.005	0.02	<0.002	0.005	0.020
	化学分析	0.003	0.001	0.002	0.004	0.007	1391	1750	228	183	0.44	0.005	0.02	<0.002	0.004	0.019
		0.002	0.001	0.002	0.005	0.007	1390	1754	226	182	0.44	0.005	0.03	<0.002	0.004	0.018
K-190	X線分析	0.004	0.003	0.001	0.006	0.005	1380	1753	222	182	0.42	0.004	0.04	<0.002	0.003	0.007
		0.005	0.002	0.001	0.006	0.005	1378	1741	223	183	0.44	0.005	0.04	<0.002	0.004	0.007
	化学分析	0.004	0.002	0.002	0.006	0.005	1388	1736	223	180	0.46	0.005	0.04	<0.002	0.003	0.006
		0.004	0.002	0.002	0.006	0.005	1379	1732	228	178	0.45	0.006	0.03	<0.002	0.003	0.006

4-1 けい光X線分析法(直接法)

1) 要 旨

平面に調製した試料に一次X線を照射して元素を励起し、発生した分析元素のけい光X線を分光結晶で分光して検出器に導き、その強度を測定し、あらかじめ標準試料を用いて作成してある検量線から分析元素の含有率を求める。

2) 適用範囲

この方法はステンレス鋼 SUS-316 のクロム、ニッケル、マンガン、モリブデン、銅、コバルト、チタン、バナジウム、ニオブ、アルミニウム、ケイ素、リン、ヒ素の分析に適用し、その定量範囲は第1表に示す。

第1表 各元素とその定量範囲

元 素	定 量 範 囲 (%)
Cr	1.40 ~ 20.0
Ni	9.0 ~ 15.5
Mn	1.0 ~ 2.5
Mo	1.0 ~ 3.9
Cu	0.001 ~ 0.40
Co	0.007 ~ 0.20
Ti	0.003 ~ 0.25
V	0.001 ~ 0.30
Nb	0.002 ~ 0.15
Al	0.002 ~ 0.15
Si	0.036 ~ 1.50
P	0.010 ~ 0.040
As	0.003 ~ 0.035

3) 一般事項

けい光X線分析方法の一般事項については、JIS G1204(鉄および鋼のけい光X線分析方法の通則)による。

4) 試料の種類

この分析方法を適用する試料は塊状又は板状試料とする。

5) 標準試料

標準試料は、分析試料と同一の処理を行なった分析面をもち、類似の化学組成を有するもので、分析対象元素を適当量段階的に含有し、化学分析法によって、その含有率を決定した試料系列を用いる。これを第2表に示す。

6) 装 置

- 1) けい光X線分析装置(理学電機 KG-X型, 理学電機 IKF-4型, フィリップス製 PW1450-AHP)
- 2) 回転研磨機(笠井商工製, 松下電動工具製, ミズ木製レヂンベルト)
- 3) 錠剤成型圧縮機(前川試験機製)
- 4) 研磨紙(Al_2O_3 , SiC)

7) 測定条件

本法における分析条件を表-3に示す。

第 2 表 標準試料系列の組成

単位：%

Element Sample	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	V	Co	Ti	Al	As	Sn	Nb	Zr	W	Ta	Sb	Mg	Pb	Fe	B	N	O	
SS - 1	0.041	0.036	1.00	0.028	0.010	0.001	90.4	1.491	3.89	0.001	0.007	0.003	0.002	0.009		<0.002								0.0022	0.0041		
SS - 2	0.053	0.49	1.47	0.029	0.009	0.082	11.05	1.682	2.85	0.055	0.052	0.061	0.035	0.008		0.025								0.0022	0.0046		
SS - 3	0.011	1.05	2.09	0.030	0.015	0.210	13.37	1.988	2.09	0.114	0.207	0.100	0.037	0.007		0.052								0.0031	0.0122		
SS - 4	0.049	1.49	2.45	0.026	0.009	0.394	15.17	1.989	1.05	0.303	0.208	0.240	0.118	0.007		0.119								0.0028	0.0051		
SS - 5	0.042	0.50	1.70	0.011	0.007		13.39	1.736	2.47					<(0.003)	0.001		0.008	<0.005	<0.001	<(0.0002)				<(0.0000)	0.0049	0.0064	
SS - 6	0.078	0.50	1.67	0.020	0.012		13.52	1.739	2.50					0.011	0.010		0.017	0.010	0.004	0.0010				0.0013	0.0126	0.0053	
SS - 7	0.101	0.51	1.67	0.031	0.024		13.47	1.742	2.51					0.018	0.020		0.020	0.022	0.008	0.0185				0.0025	0.0204	0.0036	
SS - 8	0.135	0.51	1.68	0.040	0.032		13.50	1.742	2.50					0.033	0.029		0.058	0.030	0.014	0.0030				0.0037	0.0312	0.0041	
NBS-1152	0.163	0.654	1.19	0.017	0.017	0.497	10.21	1.849	0.366	0.044	(0.095)	(0.12)	(0.003)	(0.01)	(0.004)	(0.20)	(0.03)		(0.085)			(0.001)		(0.005)			
NBS-1154	0.094	1.09	1.74	0.038	0.033	0.560	10.25	1.958	0.463	0.061	(0.12)	(0.48)	(0.035)	(0.03)	(0.023)	(0.26)	(0.022)		(0.045)			(0.012)		(0.0006)			
NBS-1155	0.046	0.50	1.63	0.020	0.018	0.169	12.18	1.845	2.38	0.047	0.101												0.001				
NBS-1185	0.11	0.40	1.22	0.019	0.016	0.067	13.18	1.709	2.01			<0.001				<0.001			<0.001								
NBS-D-846		1.19	0.53			0.19	9.11	1.835	0.43			(0.34)				0.60		(0.04)	(0.030)								
NBS-D-847		0.37	0.23			0.19	13.26	2.372	0.059			(0.02)				0.03		(0.06)	(0.002)								
NBS-D-849		0.68	1.63			0.21	6.62	5.48	0.15			(0.11)				0.31		(0.19)	(0.021)								
NBS-1207-2	0.083	0.615	0.295	0.005	0.009	0.033	55.7	1.944	4.34		13.50	2.54	1.39										(0.0022)	2.09			
NBS-1208-1	0.046	0.434	0.385	0.003	0.011	0.147	51.9	1.75	3.24		0.82	0.46	(0.15)			5.38		(0.012)				(0.00054)	1.92				
HT-6308-EV	0.029	0.30	0.19		0.003	0.059	5.287	1.867	3.13		0.059	0.95	0.73								0.012			1.725			
HF-4113 (601)	0.021	0.18	0.19	0.017	0.010	0.11	6.320	2.045	0.015		0.071	0.18	1.64											1.390	0.002		
HF-4114 (706)	0.051	0.023	0.37	0.009	0.010	0.26	46.35	1.561	0.73		0.13	1.46	0.16						0.081			0.13	3.160	0.007			
MRS - 1		0.007	0.002	0.002	(0.001)	0.003	1.599	0.003	2.95		7.06	0.09	0.004														
MRS - 2		0.038	0.028	0.003	(0.005)	0.008	1.712	0.009	4.02		9.10	0.51	0.077														
MRS - 3		0.080	0.049	0.006	(0.006)	0.011	1.800	0.012	5.05		1.109	1.54	0.29														
MRS - 4		0.164	0.104	0.008	(0.008)	0.022	1.879	0.020	5.86		1.318	2.52	0.47														
JSS 650-1 SUS24	0.055	0.66	0.37	0.023	0.005	0.080	0.24	16.45	0.011																		
JSS 651-1 SUS27	0.067	0.47	1.78	0.040	0.005	0.084	8.86	18.65	0.072		0.23																
JSS 652-1 SUS32	0.062	0.54	1.94	0.037	0.008	0.22	11.79	17.44	2.46																		
JSS 653-1 SUS41	0.068	0.72	1.61	0.038	0.006	0.055	13.67	22.50	0.081																		
JSS 654-1 SUS42	0.053	0.70	1.54	0.021	0.010	0.066	19.80	24.71	0.069																		
JSS 655-1 SUS43	0.055	0.60	1.58	0.033	0.006	0.089	11.54	18.54	0.052						0.59				0.03								

()は参考値

SN841-80-04

表 - 3 (動 燃)

(理学 KG-X型)

元 素	Cr	Ni	Mn	Mo	Cu	Co	Ti	V	Nb	Al	Si	・P	As
スペクトル線	K α	K α	K α	K β_1	K α	K α	K α	K α	K β_1	K α	K α	K α	K α
X 線 管	Au	Au	Au	Au	Au	Au	Au	Au	Au	Au	Au	Au	Au
管電圧 - 管電流	50-40	50-40	50-40	50-40	50-40	50-40	50-40	50-40	50-40	50-40	50-40	50-40	50-40
分光結晶	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	EDDT	EDDT	Ge
検 出 器	SC	SC	SC	SC	SC	SC	SC	SC	SC	SC	PC	PC	PC
X 線 径 路	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC	VAC
スリット	3S	3S	3S	3S	3S	3S	3S	3S	3S	3S	3S	3S	3S
P・H・A	B-L	170	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150	170
	C-W	60	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	130
測定方法	F-T	F-T	F-T	F-T	F-T	F-T	F-T	F-T	F-T	F-T	F-T	F-T	F-T
測定時間 (sec)	40	40	40	40	40	40	100	80	40	100	100	100	40
試料マスク	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Cu	Al	Al

8) 操 作

手 順 及 び 操 作	備 考
<p>1. 装置調整</p> <p>1) 使用X線管球を装置にセットする。</p> <p>2) 冷却水を流し、スイッチを入れる。</p> <p>2. 試料調整</p> <p>3) 回転研磨盤に水を流し、分析試料及び標準試料のX線照射面を、研磨により平滑する。又は回転研磨機により研磨する。</p> <p>4) 研磨済試料表面をイオン交換水→アルコールの手順で洗い、乾燥する。</p> <p>3. 測 定</p> <p>5) 分析条件及び装置操作手順に従ってP・H・Aの条件設定を行なう。</p> <p>6) 分析目的元素のボタンを押し、分光系の条件を設定する。</p> <p>7) 試料室に標準試料をセットする。</p> <p>8) 真空メーターがグリーンの範囲に入ったらスタートボタンを押して測定を開始する。</p> <p>9) 全試料の測定が終了後、ストップボタンを押す。</p> <p>10) 分析試料を入れ換えて操作7)~9)を繰り返す。</p> <p>11) 全試料の測定が終了したら、装置を次の測定の条件に戻しておく。</p> <p>4. 計 算</p> <p>12) 試料と同時に検量線を作成し試料含有率を求める。</p>	<p>1) 装置の取り扱いには各蛍光X線装置の取り扱い法に従う。</p> <p>2) X線管球その他の装置のウォーミング・アップを30分間以上行う。</p> <p>3) パイプ状試料の場合は、40mmφに開管したものを平盤化治具(R-210)等を使用して平盤にする。回転速度300回/分、耐水研磨紙グリット400で行う。この時補助具として研磨治具を用いる。 Alの分析時はSiC研磨紙を用い、その他の元素はAl₂O₃研磨紙を用いる。</p> <p>6) Slow. Scan. Speed. Autoにする。</p> <p>11) 全元素の分析が終了れば管電圧、管電流を落し、管球を冷却した後OFFにする。</p> <p>12) 最小自乗法によって検量線の公配を求めた後、各元素の含有率を算出する。 これらの操作は電算機を使用すると良い。</p>

蛍光X線装置の取り扱いについては、分析機器取り扱い法又は各社のマニュアルに従って操作する。

5. 結 び

SUS-316標準試料の製作にあたり、当初目標とした不純物元素も段階的に配合されており、またけい光X線での実分析結果、NBS、JSS標準試料での比較分析結果、検量線の直線性などから、社内標準試料として満足できる結果を得ることができ、現在は常陽MK-II被覆管の受入分析に活用し、実績もあげている。今後は、この試料の一部をガス分析用の標準としても検討を続けるなど、標準試料の適用範囲の拡大に努めている。

最後に標準試料の製作、表示値決定について御協力をいただいた住友金属工業(株)中央研究所ならびに(株)神戸製鋼所中央技術研究所の関係者各位に厚く感謝の意を表します。

6. 参 考 文 献

- 1) 堤, 中村, 大内 他: PNC技術レポート SN841-76-04, ジルカロ
イ-2標準試料の製作と迅速機器分析の検討
- 2) 中村, 大内, 鈴木 他: 分析化学会講演要旨集第26年会資料(1977)
- 3) 栢, 大内, 曾根 他: 分析化学会講演要旨集第28年会資料(1979)
- 4) 中村 他: PNC技術レポート N841-76-24, ステンレス鋼の分析法

7. 付 録

7-1 マルエージング鋼社内標準試料の製作 (1976～1978)

1) 概 要

動燃事業団が開発を進めているウラン濃縮技術開発に関連して回転胴材料の品質管理分析手法の確立が必要とされている。品質管理分析には迅速性と精度の優れた機器分析法の活用が得策である。そのため、超高張力鋼（18 Ni-12 Co 系合金—マルエージング鋼）を製作し、動燃を含む3社分析技術研究会において共同分析を行ない表示値の決定および蛍光X線分析法の適用性について種々の検討を行なった。

2) 社内標準試料の製作

主成分であるNiは16～19%、Coは7～13%、Moは3～6%の範囲としSi、Mn、P、S、Ti、Al、W、Nb、Cu、CrおよびZrの14元素について濃度を変化させた4系列の標準試料を製作した。なお製作にあたっては過去2回のステンレス鋼社内標準製作の経験を生かし、高周波真空溶解法によって行った。

3) 検討結果

製作した社内標準試料について均一性を十分確かめたのち、化学分析法による共同分析を行なってTable-1に示す表示値を決定した。表示値は当初の目標値と良く一致しており満足すべきものであった。

ついでこの標準試料を使用して蛍光X線分析への適用性を把握するため、試料調整法、測定条件および分析精度等を検討し、分析方法を確立した。ついでマルエージング鋼材の実分析を行なった結果、化学分析とよく一致し、繰り返し精度も良く、さらに迅速性があり、しかも非常に薄肉で試料量の少ない材料の分析法として最適であることを確かめた。

Table-1 マルエージング鋼社内標準試料の表示値

試料名 元素	MRS-1	MRS-2	MRS-3	MRS-4
Si	0.007	0.038	0.080	0.164
Mn	0.002	0.028	0.049	0.104
P	0.002	0.003	0.006	0.008
S	(0.001)	(0.005)	(0.006)	(0.009)
Ni	15.99	17.12	18.00	18.79
Co	7.06	9.10	11.09	13.18
Mo	2.95	4.02	5.05	5.86
Ti	0.09	0.51	1.54	2.52
Al	0.004	0.077	0.29	0.47
W	<0.005	0.018	0.040	0.059
Cu	0.003	0.008	0.011	0.022
Cr	0.003	0.009	0.012	0.020
Zr				
Nb				

単位：%