

**1. 制定/改正の別**

改正

**2. 産業標準案の番号及び名称**

規格番号 JIS G 0417

規格名称 鉄及び鋼－化学成分定量用試料の採取及び調製

**3. 主務大臣**

経済産業大臣

**4. 制定・改正の内容等に関する事項****(1) 制定改正の必要性及び期待効果****【必要性】**

現版は、SO 14284（鋼及び鉄－化学分析定量用試料の採取及び調製）とIDTな規格として制定されたが、製品分析の分析用試料の採取規定において、上位規格であるJIS G 0321（鋼材の製品分析方法及びその許容変動値）との不整合があるため、今回の改正でJIS G 0321に整合させる。また、鋼材JISの溶鋼分析及び製品分析に関係のない規定を、規格利用者の混乱を回避するため、参考の附属書に移行する。

**【期待効果】**

この改によって、鋼材JISの分析規格間での整合性向上及び要求事項の明確化が進み、規格利用者の理解が進むことが期待できる。

**(2) 制定の場合は規定する項目を、改正の場合は改正点**

主な改正点は、次のとおり。

- 1) 現版3.14（供試材）に関して、英文及び上位規格であるJIS G 0416（鋼及び鋼製品－機械試験用供試材及び試験片の採取位置並びに調製）の用語と比較し、翻訳を“供試製品”に変更する。また、JIS独自用語として、“溶銑”及び“型銑”を追加する。
- 2) 引用規格に、JIS G 0201〔鉄鋼用語（熱処理）〕及びJIS G 0203〔鉄鋼用語（製品及び品質）〕を追加する。
- 3) 製品からの分析試料採取及び調製に関する規定内容を、JIS G 0321の4.1（分析用試料採取方法）のa)と整合させる。
- 4) 箇条5（溶銑からの試料採取及び調製）及び箇条8（型銑からの試料採取及び調製）を附属書（参考）とする。
- 5) 箇条6（鑄鉄製造用の溶湯からの試料採取及び調製）、箇条7（溶鋼からの試料採取及び調製）、箇条9（鑄鉄品からの試料採取及び調製）及び箇条10（製品からの試料採取及び調製）の規定内容を、国内の作業実体に整合させる。

**(3) 制定・改正の主旨****① 利点がある場合にその項目（コード等一覧参照）**

ア、イ

**② 欠点があるとすると項目に該当しないことを確認（コード等一覧参照）**

確認

**③ 国が主体的に取り組む分野に該当しているか、又は市場適合性を有しているか。**

国が主体的に取り組む分野

**④ 国が主体的に取り組む分野に該当する場合の内容**

強制法規技術基準に引用される規格

**⑤ 市場適合性を有している場合の内容****⑥ 市場適合性を明らかにする根拠、理由等（定量的なデータ等） ※⑤で「国際標準をJIS化するもの」とした場合は記入不要**

## コード等一覧

### 産業標準化の利点があると認める場合

- ア. 品質の改善若しくは明確化、生産性の向上又は産業の合理化に寄与する。
- イ. 取引の単純公正化又は使用若しくは消費の合理化に寄与する。
- ウ. 相互理解の促進、互換性の確保に寄与する。
- エ. 効率的な産業活動又は研究開発活動の基盤形成に特に寄与する。
- オ. 技術の普及発達又は国際産業競争力強化に寄与する。
- カ. 消費者保護、環境保全、安全確保、高齢者福祉その他社会的ニーズの充足に寄与する。
- キ. 国際貿易の円滑化又は国際協力の促進に寄与する。
- ク. 中小企業の振興に寄与する。
- ケ. 基準認証分野等における規制緩和の推進に寄与する。
- コ. その他、部会又は専門委員会が認める工業標準化の利点

### 産業標準化の欠点があると認める場合

- ア. 著しく用途が限定されるもの又は著しく限られた関係者間で生産若しくは取引されるものに係るものである。
- イ. 技術の陳腐化、代替技術の開発、需要構造の変化等によってその利用が縮小しているか、又はその縮小が見込まれる。
- ウ. 標準化すべき内容及び目的に照らし、必要十分な規定内容を含んでいない。また、含んでいる場合であっても、その規定内容が現在の知見からみて妥当な水準となっていない。
- エ. 当該案の内容及び既存のJISとの間で著しい重複又は矛盾がある。
- オ. 対応する国際規格が存在する場合又はその仕上りが目前である場合であって、当該国際規格等との整合化について、適切な考慮が行われていない。
- カ. 対応する国際規格が存在しない場合、当該JISの制定又は改正の輸入への悪影響について、適切な考慮が行われていない。
- キ. 原案中に特許権等を含む場合であって、特許権者等による非差別的かつ合理的条件での実施許諾を得ることが明らかに困難である。
- ク. 原案が海外規格 (ISO及びIECが制定した国際規格を除く) その他他者の著作物を基礎とした場合、著作権に関する著作権者との調整が行われていない。
- ケ. 技術が未成熟等の理由で、JISとすることが新たな技術開発を著しく阻害する恐れがある。
- コ. 強制法規技術基準・公共調達基準との関係について、適切な考慮が行われていない。
- サ. 工業標準化法の趣旨に反すると認められるとき。

### 国が主体的に取り組む分野に該当する場合

1. 基礎的・基盤的な分野
2. 消費者保護の観点から必要な分野
3. 強制法規技術基準、公共調達基準等に引用される規格
4. 国の関与する標準化戦略等に基づき国際規格提案を目的としている規格

### 市場適合性を有している場合

1. 国際標準をJIS化するなどの場合
2. 関連する生産統計等によって、市場におけるニーズが確認できる場合、又は将来において新たな市場獲得が予想される場合
3. 民間における第三者認証制度に活用されることが明らかな場合
4. 各グループ [生産者等及び使用・消費者又はグループを特定しにくいJIS(単位、用語、製図、基本的試験方法等)にあつては中立者] の利便性の向上が図られる場合

## 目 次

ページ

序文	1
1 適用範囲	1
2 引用規格	1
3 用語及び定義	2
4 試料採取及び調製に対する要求事項	5
4.1 一般事項	5
4.2 試料	5
4.3 試料の採取	7
4.4 試料の調製	7
4.5 安全に関する注意	10
5 溶銑からの試料採取及び調製	10
6 鋳鉄製造用の溶湯からの試料採取及び調製	10
6.1 一般	10
6.2 鋳鉄のスプーンによる試料採取	11
6.3 鋳鉄のプロープによる試料採取	12
6.4 鋳鉄の分析用試料の調製	12
6.5 鋳鉄の酸素及び窒素定量用試料の採取及び調製	14
7 溶鋼からの試料採取及び調製	14
7.1 一般事項	14
7.2 スプーンによる試料採取	15
7.3 プロープによる試料採取	15
7.4 分析用試料の調製	16
7.5 酸素及び窒素定量用試料の採取及び調製	17
7.6 水素定量用試料の採取及び調製	18
8 型銑からの試料採取及び調製	19
9 鋳鉄品からの試料採取及び調製	19
9.1 一般	20
9.2 試料採取及び調製	20
10 製品からの試料採取及び調製	22
10.1 一般事項	22
10.2 鋳造品の試験室試料又は分析用試料の採取	22
10.3 断面からの試料採取	22
10.4 分析用試料の調製	25
10.5 鉛快削鋼の試料採取	25
10.6 酸素定量用試料の採取及び調製	26

10.7 水素定量用試料の採取及び調製	27
附属書 A (参考) 溶銑及び溶鋼からの試料採取用プローブ	29
附属書 B (参考) 溶鋼からの水素定量用試料採取プローブ	37
附属書 JA (参考) スプラッシュ試料の採取設備及び調製鑄型	40
附属書 JB (参考) 溶銑からの試料採取及び調製	42
附属書 JC (参考) 型銑からの試料採取及び調製	46
附属書 JD (参考) JIS と対応国際規格との対比表	49

JIS DRAFT 2024/12/20

## まえがき

この規格は、産業標準化法第 16 条において準用する同法第 14 条第 1 項の規定に基づき、認定産業標準作成機関である一般社団法人日本鉄鋼連盟（JISF）から、産業標準の案を添えて日本産業規格を改正すべきとの申出があり、経済産業大臣が改正した日本産業規格である。これによって、JIS G 0417:1999 は改正され、この規格に置き換えられた。

この規格は、著作権法で保護対象となっている著作物である。

この規格の一部が、特許権、出願公開後の特許出願又は実用新案権に抵触する可能性があることに注意を喚起する。経済産業大臣は、このような特許権、出願公開後の特許出願及び実用新案権に関わる確認について、責任はもたない。

JIS DRAFT 2024/12/20



## 鉄及び鋼—化学成分定量用試料の採取及び調製

Steel and iron—Sampling and preparation of samples for the determination of  
chemical composition

## 序文

この規格は、2022年に第2版として発行されたISO 14284を基とし、技術的内容を変更して作成した日本産業規格である。

なお、この規格で、附属書JAは、対応国際規格にはない事項である。また、ISO 14288:2022の箇条5 (Liquid iron for steelmaking and pig-iron production) 及び箇条8 (Pig-irons) を、参考としてそれぞれ附属書JB及び附属書JCに示す。側線又は点線の下線を施してある箇所は、対応国際規格を変更している事項である。技術的差異の一覧表にその説明を付けて、附属書JDに示す。

## 1 適用範囲

この規格は、銑鉄、鑄鉄及び鋼の化学成分を定量するための、試料採取及び試料調製方法について規定する。これらの方法は、熔融金属及び固体金属に適用する。

**注記** この規格の対応国際規格及びその対応の程度を表す記号を、次に示す。

ISO 14284:2022, Steel and iron—Sampling and preparation of samples for the determination of chemical composition (MOD)

なお、対応の程度を表す記号“MOD”は、ISO/IEC Guide 21-1に基づき、“修正している”ことを示す。

## 2 引用規格

次に掲げる引用規格は、この規格に引用されることによって、その一部又は全部がこの規格の要求事項を構成している。これらの引用規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。

JIS G 0201 鉄鋼用語（熱処理）

JIS G 0203 鉄鋼用語（製品及び品質）

JIS G 1201 鉄及び鋼—分析方法通則

JIS G 1239 鉄及び鋼—酸素定量方法—不活性ガス融解—赤外線吸収法

JIS R 6001-1 研削といし用研削材の粒度—第1部：粗粒

JIS R 6001-2 研削といし用研削材の粒度—第2部：微粉

JIS R 6010 研磨布紙用研磨材の粒度

### 3 用語及び定義

この規格で用いる主な用語及び定義は、次によるほか、JIS G 0201、JIS G 0203 及び JIS G 1201 の簡条 3 (用語及び定義) による。

#### 3.1

##### 化学的方法 (chemical method)

分析試料 (3.17) を化学的に反応させて、化学成分を定量する方法

#### 3.2

##### 物理的方法 (physical method of analysis, physical method)

分析試料を化学的に反応させることなく、化学成分を定量する方法

**例** 発光分光分析方法 (OES)、蛍光 X 線分析方法 (XRF) など。

#### 3.3

##### 熱的方法 (thermal method of analysis, thermal method)

分析試料を加熱、燃焼又は融解して、化学成分を定量する方法

#### 3.4

##### 溶湯 (melt)

試料 (3.25) を採取する熔融金属

**注釈 1** 溶銑又は溶鋼という場合がある。

#### 3.5

##### スプーンによる試料採取 (spoon sampling)

溶湯 (3.4) 又は注入中の溶湯から、柄の長いスプーンを用いて試料を採取し、小さな鑄型に鑄込む方法

#### 3.6

##### スプーン試料 (spoon sample)

スプーンによる試料採取 (3.5) によって得た試料

#### 3.7

##### プローブによる試料採取 (probe sampling)

市販の試料採取用プローブを溶湯中に浸せきして、溶湯から試料を採取する方法

#### 3.8

##### プローブ試料 (probe sample)

プローブによる試料採取 (3.7) によって得た試料

#### 3.9

##### 吸引による試料採取 (suction sampling)

プローブによる試料採取であって、吸引によってプローブ内の試料室内に充填する方法

#### 3.10

##### 流れからの試料採取 (stream sampling)

プローブによる試料採取であって、プローブを熔融金属の流れに差し入れて、流れの勢いによってプローブの試料室内に充填する方法

#### 3.11

### 浸せきによる試料採取 (immersion sampling)

プローブによる試料採取であって、溶湯の静圧 (以下、静圧という。) 又は重力によってプローブの試料室内に充填する方法

#### 3.12

##### 鑄造品 (cast products)

変形加工を受けていない鑄鋼又は鑄鉄の製品及び半製品

**例** 鋼塊、連続鑄造で得た鋼片、鑄鉄品、鑄鋼品。

#### 3.13

##### 鋼材 (steel products)

押出し、引抜き、鍛造、熱間圧延、冷間圧延などの熱間及び/又は冷間の塑性変形工程を単独又は組み合わせて行って得る製品

**例** 線材、棒鋼、線、鋼管、異形材 (profiles)、薄鋼板 (sheets)、鋼帯 (strips)、鍛造品など。

#### 3.14

##### 供試製品 (sample product, batch-sample)

化学成分定量のために試験単位から選んだ製品 [型銑 (3.28)、銑鉄 (3.27) 又は鋼材 (3.13)]

**注釈 1** 図 1 b) 参照。

**注釈 2** “試験単位” は、JIS G 0416 [1] 参照。

**注釈 3** 箇条 6 及び箇条 9 では、“供試材” と翻訳している。

#### 3.15

##### 試験室試料 (laboratory sample)

一つ以上の分析用試料 (3.16) を得るために、分析室に搬送可能なように調製した試料の一部

**注釈 1** “供試材 (JIS G 0416 など参照)” が、“試験室試料” となる場合がある。

#### 3.16

##### 分析用試料 (test sample)

供試製品 (3.14) の一部、供試製品から得た試験室試料 (3.15) の一部、又は溶湯から採取した試料の一部であって、分析に必要、かつ、適切な条件を具備したもの

**注釈 1** 供試製品そのもの又は溶湯から採取した試料が分析用試料となる場合がある。

**注釈 2** 分析用試料には、次のような形状がある。

- ブロック状の試料
- 再溶解して得た試料
- 機械加工して得た切粉状の試料
- 粗砕 (3.19) して得た破片状の試料
- 粉碎 (3.18) して得た粉末状の試料

#### 3.17

##### 分析試料 (test portion)

分析用試料の一部、又は溶湯から採取した試料の一部で、分析に供するもの

**注釈 1** 供試製品そのものから採取した試料が分析試料となる場合がある。

**注釈 2** ブロック状の分析試料には、次のような形状がある。

- 一般にコインと呼ぶ、打ち抜いて得たディスク状の試料
- 一般にラグ (lug) (以下、突起部という。)と呼ぶ、小さく飛び出した試料
- 一般にピン (pin)と呼ぶ、切断して得た小径の棒状試料

### 3.18

#### 粉碎 (comminution)

粗砕又はグラインダ研削 (3.21) によって粒度を小さくする操作

### 3.19

#### 粗砕, 破砕 (crushing)

大きな破片を複数の小さな破片に砕いて、粒径を機械的に小さくする操作

### 3.20

#### リニッシング (linishing)

物理的方法 (3.2) 用の試料を調製する方法であって、研磨材を被覆した回転ディスク又は連続ベルトを用いて、分析用試料の表面を研磨する操作

注釈 1 簡条 9では、“ベルト研削”としている。

### 3.21

#### グラインダ研削 (grinding)

物理的方法用の試料を調製する方法であって、回転と (砥) 石を用いて分析用試料の表面を研磨する操作

### 3.22

#### フライス研削, ミーリング (milling)

物理的方法用の試料の表面又は切粉を調製する方法であって、多数の刃が付いた回転刃を用いて、機械加工する操作

### 3.23

#### コンサインメント (consignment)

一度に受け渡される金属の量

### 3.24

#### インクリメント (increment)

コンサインメント (3.23) から 1 回の試料採取で得る金属の量

### 3.25

#### 試料 (sample)

大量の材料から選択した材料の部分

### 3.26

#### スプラッシュ試料

スプーンを用いて溶湯の一部を採取し、鉄板上に流して急冷・凝固させた後、破砕して得た試料

### 3.27

#### 銹鉄 (pig iron)

高炉などで鉄鉱石を還元して取り出した鉄

**注釈1** 高温で熔融状態のものを溶銑、冷えて固体状態のものを冷銑と呼んでいる。

**注釈2** この規格では、“銑”を漢字表記している。

### 3.28

#### 型銑

冷銑の一種で、溶銑を運搬しやすいように鑄込んだ塊

## 4 試料採取及び調製に対する要求事項

### 4.1 一般事項

この箇条は、鉄及び鋼の試料自体、試料採取及び調製に関する一般的な要求事項を示す。熔融金属及び固体金属への個別の要求事項は、関連する箇条による。

溶銑、溶鋼、型銑、鑄鉄及び鋼材の試料採取及び試料調製の手順を図1に示す。

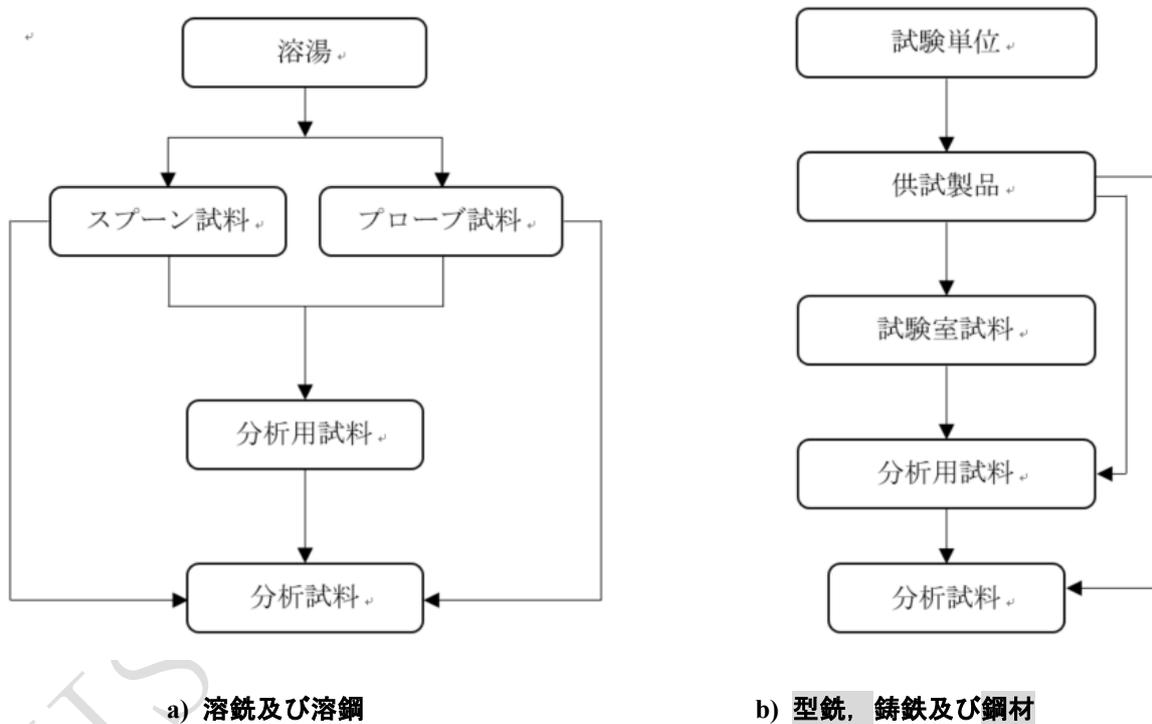


図1—試料採取及び試料調製の手順

## 4.2 試料

### 4.2.1 品質

試料採取の手順は、溶湯及び供試製品の化学組成を代表する分析用試料が採取可能なように、あらかじめ定めておく。

分析用試料の不均質さが分析結果の不確かさに大きく影響するため、分析用試料の化学組成は、十分に均一でなければならない。しかしながら、溶湯から採取した試料では、分析用試料内及び試料間でのばらつき

は避けられない。このばらつきが、分析精度に大きく影響する。

分析用試料には、表面被覆層、水分、汚れ、その他の汚染物質があってはならない。

分析用試料には、ボイド、クラック、孔、ばり、重なり、その他の表面欠陥が存在しないことが望ましい。

溶湯から採取した試料が不均質である、又は汚染されていると予想される場合には、分析用試料の選択及び調製に特に注意を払う。そのような不良を認めた場合は、試料を廃棄する。

溶湯から採取した試料は、その化学組成及び金属組織が試料間で同一となるように冷却する。

物理的方法による分析では、試料の金属組織によって影響を受ける場合がある。特に、鋳鉄（白銹化されている場合でも）、鋳放しの鋼及び加工のままの鋼で影響を受けやすい。

#### 4.2.2 大きさ

ブロック状の試験室試料は、再分析用の試料を追加して採取可能な大きさとする。

分析用試料は、再分析の要求にも応じられるように、十分な量を調製する。通常、切粉又は粉末状の試料として 100 g もあれば十分である。

分析用試料は、次の事項を満たす形状及び大きさとする。

- 均質性
- 溶湯の組成を代表していると認められること
- 固体試料の分析方法に適した金属組織

発光分光分析方法及び蛍光 X 線分析方法では、分析用試料の形状及び大きさは、装置の試料室又は試料ホルダの大きさで決まる。

#### 4.2.3 識別

分析用試料には、次の事項を特定可能な固有の識別を付与する。

- 試料を採取した溶湯及び必要があれば溶湯の処理条件
- 試験室試料又は分析用試料の供試製品からの採取位置

型銹の分析用試料は、コンサインメント全体又はその一部、及びコンサインメントから採取したインクリメントを特定可能とするような固有の識別を付与する。

ラベルの貼付又は同等の表示方法によって、付与した識別と分析用試料とを確実にひも付ける。

分析と記録との照合に混乱がないように、試料の識別、状態及び条件を記録する。

#### 4.2.4 試料の保存

分析用試料は、適切な保管設備に隔離して保管する。調製中又は調製後の分析用試料は、汚染又は化学変化が起こらないような方法で保管する。

試験室試料をブロックの状態に保管し、必要なときに分析用試料を調製してもよい。

分析用試料又はブロック状の試験室試料は、監査及び／又は再分析のために、分析室で十分な期間保管する。

#### 4.2.5 審判分析用試料

審判分析用の試料は、分析用試料を受渡当事者又はその代理人が共同で調製する。分析用試料の調製方法を、記録して保管する。

審判分析用の分析用試料を入れた容器は、受渡当事者又はその代理人が封印する。封印した容器は、特段の取り決めがない限り、試料調製に責任を負っている各当事者の代理人が保管する。

### 4.3 試料の採取

#### 4.3.1 溶湯からの採取

製造工程の監視及び制御のために、工程のいろいろな段階から溶湯を採取している。化学組成が鑄造品の製品仕様に適合していることを検証するために、溶湯の鑄込み中に試料を採取してもよい。鑄鉄品の溶融金属の場合、分析用試料は、製品規格によって機械試験用の金属と同じように、特別に鑄込んだ棒又はブロックから採取してもよい。

溶湯からの採取方法は、試料の品質に関する規定（4.2.1 参照）によって、特定の製造工程から採取するよう定める。溶湯から採取する試料は、通常、小さな鋼塊、ブロック（円筒形又は直方体）、急冷鑄込みディスク、ピン、1本以上のピンが付いたディスクなどである。小さな突起物が付いたディスクの場合もある。

**注記 1** 溶銑及び溶鋼から試料を採取する試料採取用プローブは、多くの種類が市販されている（**附属書 A** 及び**附属書 B** 参照）。

#### 4.3.2 製品からの採取

試験室試料又は分析用試料は、製品規格の規定又は注文書の指定がない場合、機械試験用の供試材又は試験片から採取するか、**箇条 10** によって供試製品から直接採取してもよい。

鑄鉄品の分析用試料は、製品に付帯して鑄込んだ棒又はブロックから採取してもよい。

鍛造品の分析用試料は、鍛造前、鍛造後、又は追加の鍛造を行なった材料のいずれから採取してもよい。

供試製品から試験室試料又は分析用試料を採取する場合、ガス切断、機械加工などの手段を用いてもよいが、特定の成分定量用の試料採取には、特別な配慮をする。

### 4.4 試料の調製

#### 4.4.1 試料の前処理

酸化などによって、試料の一部が化学組成を代表していない場合、組成変化の状態及びその程度を調査した上で、変化した部分を試料から除去してもよい。このような措置を行った後は、組成が変化しないように試料を保護する。

必要に応じて製造工程で生じた皮膜を適切な方法で除去し、機械加工を行った箇所では、金属の表面を完全に露出させる。必要があれば、適切な溶剤を用いて金属の表面を脱脂する。脱脂操作が分析の精確さに影響を与えないように注意する。

#### 4.4.2 切粉状の分析用試料

分析用試料は、一定の大きさ及び形状の切粉とする。切粉は、ドリルせん（穿孔）、ミーリング、旋盤加工などの方法によって採取してよい。切粉は、切断工具によって熱影響を受けた部分から採取しない。

試料調製に用いる工具、装置、容器などは、あらかじめ清浄とし、分析用試料の汚染を防止する。

機械加工は、過熱によって切粉の色が変化（青化又は黒化）しない方法で行う。例えば、マンガン鋼及びオーステナイト鋼のような合金鋼の切粉は、変色を避けられないが、適切な工具及び切削速度を選定して最小限に抑えることが可能な場合がある。

分析方法によっては、（化学組成が変化しない）適切な雰囲気又は環境で熱処理を行い、機械加工用の試料を軟らかくしてもよい。

**注記 2** 製品への熱処理と異なる熱処理を行った場合、元素の定量値に影響する場合がある。

機械加工時の冷却剤は、特別な場合にだけ使用してよいが、加工後の切粉は、析出物が除去されてしまうことがないような溶剤で洗浄する。

切粉は、分析試料をはかりとる前に十分に混合する。多くの場合、容器を水平な面の上で回転させる、及び／又は容器を静かに繰り返し転倒させることによって混合するとよい。

#### 4.4.3 粉末又は破片状の分析用試料

切粉の採取に際して、試料をドリルでせん孔不可能な場合は、試料を切断又は破砕する。その破片を衝撃乳鉢（percussion mortar）又は振動式粉砕機（ディスクミル又はリングミルなど。以下、振動ミルという。）を用いて砕き、全量が規定の目開きのふるいを通るような小片状の分析用試料を得る。

熱的方法による炭素定量においては、試料を衝撃乳鉢で砕き、粒径約 1 mm～2 mm の破片状の分析用試料としている。

粉砕装置は、試料の化学組成を変化させない材料で作られているものを使用する。装置の使用によって分析用試料の組成に何ら影響がないことを、適切な試験で示さなければならない場合がある。

粉砕は、黒鉛を含有する鋳鉄の試料調製に用いてはならない。

ふるい分け操作では、材料の汚染又は損失がないように、十分に注意を払う。硬い材料をふるい分ける場合は、ふるいの網を損傷しないように注意する。

分析用試料は、分析試料をはかりとる前に均質化する。粉末は、かき混ぜて均質化してもよい。

**警告** 粒径が約 150 μm 以下の微細な金属は、発火する危険がある。粉砕作業中は、十分に換気する。

#### 4.4.4 ブロック状の分析用試料

##### 4.4.4.1 分析用試料の採取

分析用試料は、供試製品又は試験室試料から分析方法に適した大きさ及び形状に切り出す。試料は、のこぎり（鋸）切断、と石切断、せん（剪）断又は打ち抜きによって切り出す。

製品規格に規定がない場合、物理的方法は、材料に十分な厚みがあれば、製品横断面に対応する部位から得た試料で行う。

#### 4.4.4.2 分析用試料の表面の調製

分析用試料は、分析方法に適した表面となるように調製する。分析面の調製は、熱影響を受けた試料の、いかなる部位に対しても行ってはならない。試料調製に用いる装置は、試料の過熱を最小限に抑えるように設計され、必要に応じて、冷却機構を組み込んでいることが望ましい。

表面の調製に用いる主な装置は、次による。

- a) **ミーリング装置** 切削に適した硬度範囲内の試料に対して、あらかじめ決めた深さで、繰り返し切削除去可能な装置。必要に応じて、溶湯から採取した熱いままの試料も加工可能であるものが望ましい。
- b) **グラインダ研削装置** あらかじめ決めた深さで、繰り返し研削除去可能な固定式、回転式又は周期的に振動するヘッドを備えた装置。
- c) **リニッシング装置** 分析用試料を任意の表面仕上げに調製可能な、研削と石を備えた横型の装置、又はエンドレスの研磨ベルトを備えた装置。
- d) **吹き付け装置** 分析用試料の表面を清浄にするための特殊な用途に用いることが可能な、砂、と粒又は金属粒を吹き付ける装置。

極低炭素（ULC）鋼の試料調製は、ミーリングが望ましい。

調製後の分析用試料の表面は、平滑で、かつ、分析の精確さに影響するような欠陥があってはならない。

切断及び表面調製は、手動又は自動のいずれによって行ってもよい。溶湯から採取した試料の場合、試料調製の各工程を自動で行う市販の設備を用いてもよい。厚さが2段階となっている段付きプローブ試料〔**附属書 A** の **A.2.3 c)**参照〕の表面を自動的に調製する設備、及び分析試料となるコインを打ち抜く設備に、試料をサンドブラストする装置を組み込んでもよい。

**注記 3** 打ち抜く前に、（化学組成が変化しない）適切な雰囲気又は環境で熱処理を行い、試料を柔らかくする場合がある。

分析用試料の調製の最終段階で用いる研磨材は、試料表面を定量する元素で汚染させないものを選択する。研磨材の粒度は、分析方法に必要な表面仕上げに適したものとする。

発光分光分析方法に用いる場合の表面調製は、調製の最終段階で用いる研磨材として、ベルトでは **JIS R 6010** に規定する粒度 P36～P240 が、グラインダでは **JIS R 6001-1** に規定する粒度 F36～F220 及び **JIS R 6001-2** に規定する粒度 F230 及び F240 が適している。蛍光 X 線分析方法に用いる場合の表面調製は、試料間の表面仕上げが再現性よく行われることを確認した方法を選択する。また、表面が汚れていてはならない。

**注記 4** 対応国際規格では、“グリット（grit）サイズ 60 番から 120 番の研磨材”としている。

研磨材の影響は、分析方法によって異なる。発光分光分析方法を用いる場合には、予備放電操作が研磨に起因する汚染物質を蒸発させるため、通常、分析用試料の表面が清浄となる。ただし、新しい研磨ディスクを使用する場合は、表面汚染がないように特に注意を払う。

蛍光 X 線分析方法を用いる場合は、表面調製のすべての段階で、起こり得る表面汚染の影響がないか調査する。

分析用試料の調製後、表面に粒子状物質又は欠陥がないことを目視で確認する。欠陥などを認めた場合は、分析面を再度調製するか、又はこれを廃棄する。分析用試料は、乾燥させ、調製した面に汚染がないように注意する。

#### 4.4.5 再溶解による分析用試料の調製

小片の試料、切粉状の試料、又は供試製品の一部を、市販の溶解装置を用いてアルゴン雰囲気中で再溶解してもよい。再溶解後の形状は、ディスク状とする。溶解装置には、ディスク試料を遠心铸造する機能を組み込んでいるものもある。

**注記 5** 再溶解後の大きさは、通常、物理的方法に適した、直径 30 mm～40 mm、厚さ 4 mm 程度としている。

再溶解の過程で、一部の元素が部分的に失われる場合がある。元素の選択的蒸発、偏析、その他の組成変化などを定量的に把握し、分析結果に大きな影響がないことを確かめておくことが重要である。組成の変化が小さく、再現性があることを示す適切な実験を実施しておく。

再溶解に使用する装置及び方法は、組成の変化を防ぐ又は最小限に抑え、かつ、その変化の再現性を確保するように設定する。再溶解に際して、脱酸剤、例えば、含有率（質量分率）として 0.1 %相当のジルコニウムを使用することが望ましい。

すべての鉄金属がこの方法で再溶解するとは限らない。

再溶解したときに、組成変化が有意で、かつ、再現性がない元素を定量する場合は、この方法で試料を調製してはならない。

### 4.5 安全に関する注意

#### 4.5.1 身体の保護

試料採取及び試料調製作業中の傷害のリスクを最小限とするために、保護具を着装する。保護具には、溶融金属の採取時の飛散物から防護するための、防護服、保護手袋、耐熱性フェイスガード、更に、必要に応じて用いる呼吸用保護具などがある。

#### 4.5.2 機械装置

試料採取及び試料調製に機械装置類を使用する場合は、該当する国家規格又は製造業者が推奨する手順に従う。

#### 4.5.3 危険物質

試料、分析試料などの洗浄及び乾燥のために溶剤を使用する場合は、適用される法令に従う。

### 5 溶銑からの試料採取及び調製

溶銑からの試料採取及び調製は、附属書 JB に示す。

### 6 鑄鉄製造用の溶湯からの試料採取及び調製

**注記** JIS G 0417:1999 の箇条名は、“鑄鉄品製造用の溶銑”と記載していた。

#### 6.1 一般

この箇条は、キューバラ炉、電気炉、二重溶解の保持炉、注湯とりべ及び処理とりべからの溶湯の採取に適

用する。

鑄鉄品の製造を目的とする溶湯は、不均質な場合があり、特定の製造工程の要求事項に適合するように、試料採取の全体の段取り及び方法の設定に特に注意を払わなければならない。例えば、保持炉内の溶湯は、不均一になりやすいので、採取する分析用試料は、溶湯全体を代表するものであることを保証しなければならない。

試料の採取方法は、スプーンから鑄込んだ溶湯を急冷し、黒鉛の晶出を可能な限り少なくした白銑組織となるように、試料採取方法を工夫している。物理的方法による分析には、この急冷鑄込みによって得られた白銑化試料を使用する。

白銑化しない試料は、化学的方法及び熱的方法による定量に使用してもよい。この場合、試料をスプーンから鑄込むか、又は機械試験用の試験片若しくは供試材から分析用試料を採取してもよい。鑄鉄品の試験片及び供試材には、別鑄込み供試材、共込め供試材及び本体付き供試材（以下、鑄造供試材という。）及び鑄造品の切出し供試材がある。

大きな鑄鉄品又は大量の鑄鉄品を製造する場合には、注文者との合意によって、二つ以上の試料を採取してもよい。

酸素及び窒素の定量のために溶湯を採取し、試料調製する場合には、特に注意が必要である（6.5 参照）。

## 6.2 鑄鉄のスプーンによる試料採取

### 6.2.1 一般

接種剤を加えた後に溶湯から試料を採取する場合には、接種剤、球状化剤などの添加による直接的な影響がなくなるだけの十分な時間をとるか、又は試料採取前に、溶湯をよくかき混ぜることが望ましい。試料採取前に十分な時間をとらないと、採取した試料の代表性が損なわれる。

球状黒鉛鑄鉄は、製造工程の途中でドロス、のろ、酸化物などによって汚染される可能性があるために、試料を採取することが難しい場合がある。この場合には、セラミックフィルタを使って溶湯をろ過することによって、適切な試料を採取する場合がある。

鑄造品の化学組成を代表する試料を得るためには、注湯流接種の場合を除き、接種剤添加後に溶湯を採取しなければならない。

### 6.2.2 方法

黒鉛製スプーン、ガニスター（粉砕された砂岩質珪岩）などの耐火物でライニングした鋼製スプーン、セラミックファイバー製のスプーンなどを用いる場合は、次のいずれかの方法による。

- a) 溶湯の表面からのろをすくい取って除去した後、予熱したスプーンを用いて、溶湯を採取する。
- b) 注湯流の中から予熱したスプーンを用いて溶湯を採取する。

### 6.2.3 白銑化試料

厚さ 3 mm～8 mm の板状の試料を得るため、銅、鋼などで作った金型にスプーンから溶湯を注ぎ、金型の過熱及び試料の破損を防止するため、試料が凝固したらすぐに金型から取り出す。必要があれば、押湯（riser）を除去する。

**注記 1** 試料の断面形状は、円形、長方形、正方形などがある。代表的なサイズは、それぞれ直径 35 mm～40 mm、50 mm×27 mm、50 mm×50 mm などである。

**注記 2** 試料の形状には、硬貨型、ロリポップ型、ピン型、キノコ型、メダル型などがある。

**注記 3** 一般に、断面が円形の試料は、縦型の金型で、長方形又は正方形のサンプルは横型の金型で製造される（縦型の金型の例は、JB.2 参照）。

白銹化試料は、十分な冷却を確保するため、急冷可能な金型で採取しなければならない。使用する金型は、十分に冷却されたものを用いることが望ましい。

試料を頻繁に採取する必要がある場合、複数の金型を用意し、冷却した金型を確実に使用する。

熱応力が試料破損の原因となる場合があるので、金型の過熱を避けることが望ましい。

#### 6.2.4 白銹化しない試料

スプーンの溶湯を素早く砂型に注ぎ、円筒形のブロック状試料を得る。

**注記 1** 一般に、円筒形ブロック状試料は、直径 50 mm、長さ 40 mm～50 mm である。

あるいは、分析用試料は機械試験片用の鑄造品の切出し供試材及び鑄造供試材から採取してもよい。試験片、又は鑄造品の切出し供試材及び鑄造供試材は、スプーンを用いてとりべから採取した溶湯から注湯するか、又はそのとりべ自身から直接注湯する。砂鑄型中に垂直又は水平に鑄込む

**注記 2** 通常、代表的な試料の大きさは、直径 30 mm、長さ 150 mm である。

試料は、完全に冷えるまで放置した後で、砂型から取り外す。

白銹化しない試料は、化学的方法に使用することが望ましい。

#### 6.2.5 器具の保守・整備

試料採取用のスプーン及び金型は、清浄かつ乾燥した状態に保つことが大切である。使用後は、スプーン及び金型に付着したのろ及び地金を取り除き、ワイヤーブラシで金型の表面を清掃する。

使用した金型内部の表面が、荒れて凸凹になったときには再加工することが望ましい。これによって、不要な表面調製がなくなる。

### 6.3 鑄鉄のプロープによる試料採取

プロープによる試料採取は、鑄鉄品の製造において限られた範囲だけに使用される。その場合、試料採取用プロープは、分析に必要な品質及び金属組織を有する試料となる形状にしなければならない。

#### 6.4 鑄鉄の分析用試料の調製

##### 6.4.1 前処理

選択した分析法に応じて、6.4.2～6.4.4 のいずれかの手順によって試料を調製する。

##### 6.4.2 鑄鉄の化学的方法のための分析用試料

###### 6.4.2.1 一般

切粉を得るための機械加工は、超硬工具を使用し、機械の速度及び送り量を調節しながら、低速（100 rpm～150 rpm）でドリルによるせん孔又は旋盤加工によって行い、微粉の発生を避けながら均一な大きさの切粉を採取することが望ましい。試料及び工具は、過熱しないように注意する。

ねずみ鋳鉄の場合、切粉が粉々に砕けたり、黒鉛の脱落を防ぐために、約 10 mg（100 個/g）の質量とし、可能な限り固く、かつ、ち密なものとする。金属及び黒鉛の分布が変化するリスクがあるため、切粉を溶剤洗浄、又は磁石による取扱いをしないことが望ましい。ドリルによる切粉の採取には、直径 10 mm の工具が適している。

全炭素量を定量するための切粉の大きさは、1 mm～2 mm が望ましい。

機械加工が困難な場合には、試料を砕いて小片とし、その小片を衝撃乳鉢又は振動ミルを用いて砕き、粒径 150 μm 未満の分析用試料としてもよい。この方法は、粉砕によって試料が汚染されないことが分かっている場合だけに使用することが望ましい。

#### 6.4.2.2 採取方法

白銹化試料の場合は、可能であれば試料をドリルでせん孔し、試料表面から採取した切粉は、廃棄する。

化学的方法に使用する白銹化しない試料の場合は、円筒状のブロックにドリルでブロックの長手方向の 1/3 の位置に、横方向に穴をあける。次に、その反対側からも別の穴をドリルであける。両方向の半径の 1/3 までの深さから採取した切粉を廃棄した後、ブロックの中心部分までドリルで穴をあけて分析用試料を得る。

供試材から分析用試料を採取する場合は、次のいずれかの方法を用いる。

- 供試材の向かい合う二つの平面をグラインダ研削し、その 1/3 の長さのところを片方の側から反対側へドリルで穴をあける。
- 旋盤を使って、供試材を厚さ 0.25 mm 以下に切削する。切削液又は冷却剤は、使用しない。表面から中心へ向かって半径方向に切削するか、又は供試材の断面を表面切削する。供試材の表面だけを切削して切粉を採取しない。その表面から得た切粉は廃棄する。

グラインダ切削が不可能な供試材の場合は、破砕した供試材又は供試材の底近くの横断面から切り出した約 3 mm の薄片を衝撃乳鉢又は振動ミルを用いて砕き、粒径 150 μm 以下の分析用試料を十分な量だけ採取する。

#### 6.4.3 鋳鉄の熱的方法のための分析用試料

白銹化試料の場合は、この試料からピンを折り取り、分析試料として用いるために小片に折るか切断、あるいは、衝撃乳鉢でピンを砕き、粒径が約 1 mm～2 mm の分析用試料を採取する。ただし、破砕中に細粒になり過ぎないようにする。

**注記** 酸素は、破砕による小片では、分析は不可能である。

白銹化しない試料の場合は、黒鉛が脱落しないように、円筒状のブロック又は試験片の断面からのこぎりなどを使って、約 3 mm のディスク又は薄片状の試料を切り出し、分析試料として使用するのに十分な量の小片に切断する。

必要な数の分析試料を分析して平均値を得る。分析試料とする小片の質量は、約 0.3 g 以上が望ましい。

#### 6.4.4 鋳鉄の物理的方法のための分析用試料

白銹化試料の場合は、ピンを取り除き、次にベルト研削、研磨、フライス研削などによって、汚れ及び酸化物を除去し、試料を代表する白銹組織を露出した分析用試料を採取する。この方法で除去する量は、該当する鑄鉄の化学組成及び試料採取の状態によって、決定する。なお、除去すべき層の厚さは、通常、1 mm 以上が望ましい。

研磨中は、試料の過熱を防ぐため、空冷することが望ましい。試料の金属組織が全厚にわたって完全に白銹化していないと考えられる場合、過度の研磨は、分析誤差につながる場合がある。白銹組織が、分析方法に適していることを保証するために、日常分析する際に定期的に確認することが望ましい。

白銹化しない試料の場合は、研磨装置などを用いて、試料の表面から厚さ約 1 mm の層を取り除く。研磨中は空冷することが望ましい。液状の冷却剤を使用しない。

例えば、リンの含有率が高い合金鑄鉄 (engineering iron)、けい素含有率が高い球状黒鉛鑄鉄、可鍛鑄鉄 (malleable iron) などの偏析の影響を受けやすい鑄鉄の場合は、平均値を得るために分析用試料の両面を調製しておく。

表面調製の際に、試料を過熱させないようにする。過熱によって、分析値の精確さに影響する表面亀裂が生じる場合がある。特に、薄い白銹化試料の表面を調製する場合には、注意が必要である。つかみ治具は、特に研磨操作中に試料を安全に保持可能なように設計する。

**注記** 表面調製のためには、固定ヘッド研削盤の方が揺動式研削盤よりも好ましい。後者の装置では、分析用試料の表面は平たんにならない場合がある。

## 6.5 鑄鉄の酸素及び窒素定量用試料の採取及び調製

### 6.5.1 一般

酸素及び窒素の定量は、鑄鉄品の製造において限られた範囲で必要とされている。試料の採取及び調製においては、酸素及び窒素による汚染を避けなければならない (7.5 参照)。

### 6.5.2 採取方法

酸素及び窒素定量用の試料は、通常、白銹化試料から折ったピンが適している。この試料は、溶湯からスプーンを使って採取し、6.2.3 の金型に鑄込んで、直径 4 mm~8 mm のピン状の試料を得る。例えば、図 JB.1 に示す金型を、三つのピン状の空洞部を大きくすることによって、必要な直径のピンが採取可能なように改造してもよい。

### 6.5.3 分析試料の調製

旋盤及び超硬工具を用いて切削することによって、ピンの表面からすべての酸化物の痕跡を除去する。分析に適した質量の分析試料を得るために、二股の工具でピンを切断する。分析用試料を調製するときには、ピンの過熱を防ぐ。

分析試料を調製後、速やかに分析を行うことが望ましい。

## 7 溶鋼からの試料採取及び調製

### 7.1 一般事項

この箇条は、溶鋼からの試料採取及び調製に適用する。

酸素 (7.5)、窒素 (7.5) 及び水素 (7.6) の定量用の溶鋼試料の採取及び調製には、特別な配慮が必要となる。

## 7.2 スプーンによる試料採取

### 7.2.1 採取方法

溶鋼からの試料採取は、スプーンをスラグ層を貫通させて深い位置まで挿入し、溶鋼を満たす。スプーンは、最初にスラグ層中に浸せきして表面をスラグで覆って、試料の冷えを軽減し、スプーンへの付着を防ぐ。スプーンを引き上げ、スプーン内の溶鋼表面のスラグを除去する。

溶鋼の流れからの試料採取は、スプーンをとりべからの流れに差し入れて溶鋼を満たし、スプーンを引き出す。

スプーンを溶鋼の流れに差し入れるときは、ノズルからの溶鋼の吹き出し力に注意が必要である。試料採取中は、注入速度を落とすことが必要な場合もある。

必要に応じて、スプーン中の溶鋼に、一定量の脱酸剤を添加する。溶鋼との反応が収まり (10 秒以内) 次第、円すい台状の試料となるように設計した一体型の鑄型に溶鋼を一気に注入する。

**注記 1** 試料の大きさは、例えば、上底面の直径が約 25 mm～40 mm、下底面の直径が約 20 mm～35 mm、高さが 40 mm～75 mm である。

試料を鑄型から外し、ひび割れが生じないように冷却する。機械加工を容易にするために、試料は、徐冷する場合がある。

ステンレス鋼の試料採取は、鑄鉄の板の上に置いた耐火物製のリングを鑄型としてもよい。試料は、耐火物を砕いて鑄型から外す。

**注記 2** 例えば、リングの厚さは、10 mm～12 mm である。

高炭素鋼の試料採取は、スプラッシュ試料採取法 (附属書 JA 参照) を適用する場合がある。スロープの付いた清浄な鉄板 (図 JA.1 参照) に、スプーンで採取した溶鋼を流して凝固させ、板状の試料を得る。

ピン状の試料は、スプーンからスポイト (dropper) 付きの石英管で採取してもよい。可能であれば、鑄型から直接採取してもよい。

**注記 3** 分析操作においてアルミニウムが妨害せず、かつ、溶鋼中のアルミニウム含有率を定量する必要がない場合は、スプーンによる試料採取の脱酸剤として、アルミニウム線を用いている。添加するアルミニウムの量は、通常、採取量に対する質量分率で 0.1%～0.2% である。チタン、ジルコニウムなどの脱酸剤を、同じような制約もとに使用する場合がある。

### 7.2.2 採取用器具の保守・整備

試料採取用のスプーン及び金属製の鑄型は、清浄かつ乾燥した状態に保つ。使用後は、スラグ及び付着した地金を取り除き、ワイヤブラシなどの適切な方法で鑄型の表面を手入れする。

使用後の鑄型内部の表面が荒れて凸凹になった場合は、再加工することが望ましい。このことによって、試料の表面調製に際して追加の機械加工が不要となる。

## 7.3 プローブによる試料採取

### 7.3.1 一般事項

溶鋼の試料採取に用いる市販プローブの主な特徴は、**附属書 A**に示す。

プローブによる試料採取は、プローブの溶鋼への浸せき角度、深さ、時間などの因子の影響を受ける。これらの因子は、分析の質を維持するために、鋼の組成、温度などの条件ごとに設定し、その後は、厳格に管理することが望ましい。

特に、低含有率の元素定量用の試料（例えば、極低炭素鋼の試料）を採取する場合には、プローブによる試料採取の操作によって溶鋼試料が汚染されないような予防処置をすることが望ましい。試料採取用プローブ材料の選択、キャップ (cap) 及び溶鋼注入口の設計、脱酸方法の選択などによって、(脱酸剤以外からの) 汚染のリスクを最小限とする。

### 7.3.2 採取方法

溶解炉、とりべなどにおける溶鋼の深い部分からの試料採取は、適切なプローブを、溶鋼面に対してほぼ垂直方向からスラグ層を通して素早く通過させ、可能な限り溶鋼の中心近くに浸せきさせる。

タンディッシュ、鋼塊鑄型の上部、連続鑄造の鑄型などにおける、溶鋼の浅い部分からの試料採取は、適切な吸引による試料採取用プローブの吸引管を、スラグ層又は被覆用パウダ層を通過させ、溶鋼中に挿入する。鑄型を満たすために、短時間吸引してプローブの中を部分的に真空とする。

**注記 4** 対応国際規格では、吸引時間を“2 秒～4 秒間 (プローブの形状及び大きさによる)”としている。

浸せきによる試料採取プローブが使えるように、溶鋼が十分に深くなっているタンディッシュもある。

とりべに注入している溶鋼の流れからの試料採取は、とりべのノズルに可能な限り近い位置で、適切な流れからの試料採取用プローブを、流れの表面に対して斜めの方向から差し入れる。

**注記 5** 対応国際規格では、“流れの表面に対して約 45° の方向”と規定している。

窒素を定量する場合は、吸引による試料採取用プローブが望ましい。

プローブを溶鋼の流れに差し入れるときは、注意する。試料採取中は、注入速度を落とすことが必要な場合もある。

あらかじめ設定した時間が経過した後、溶鋼からプローブを引き上げて、分解する。プローブ試料は、ひび割れが生じないように冷却する。

プローブ試料を、熱い状態のまま分析室に搬送する場合もある。

## 7.4 分析用試料の調製

### 7.4.1 前処理

溶鋼から採取した試料から、以降の調製で分析用試料の汚染リスク要因となる表面酸化物を除去する。

### 7.4.2 化学的方法のための分析用試料

スプーン試料の場合は、円筒状試料の底面から 1/3 の位置を、試料の中心に向かってドリルでせん孔して採取するが、試料の表面層から得た切粉は、廃棄する。

あるいは、円筒状試料の底面から 1/3 を切断装置で切り捨て、切断面全体をミーリングする。試料が硬く機械加工が困難な場合は、(化学組成が変化しない)適切な雰囲気又は環境で熱処理を行い、試料を軟らかくしてもよい。

**注記** 製品への熱処理と異なる熱処理を行った場合、元素の定量値に影響する可能性がある。

プローブ試料の場合は、試料のディスク部分から、ドリルせん孔又はミーリングによって切粉を採取する(10.4.2 参照)。

スプラッシュ試料の場合は、ハンマなどで 10 mm～20 mm に破碎した後、調製鑄型(図 JA.2 参照)に入れ、飛散しないように注意しながら鉄棒で破碎して 1 mm～2 mm に調製し、分析用試料とする。

### 7.4.3 熱的方法のための分析用試料

突起のついたプローブ試料の場合は、突起部を折って分析試料とする。

厚さが 2 段階となっている段付きプローブ試料の場合は、ディスクの薄い部分からコインを打ち抜く。試料の硬さがロックウェルで約 25 HRC を超える場合は、(化学組成が変化しない)適切な雰囲気又は環境で熱処理を行い、試料を軟らかくして打ち抜き易くしてもよい(7.4.2 の注記参照)。

ディスクとピンとの一体型試料又はピンのプローブ試料の場合は、ピンから分析に適した質量の分析試料を切断する。

円筒状試料の場合は、ドリルせん孔又は切削によって、切粉を採取する。円筒状試料の一部をスライス切断してコインを打ち抜く場合は、(化学組成が変化しない)適切な雰囲気又は環境で熱処理を行い、試料を軟らかくして打ち抜き易くしてもよい(7.4.2 の注記参照)。

低炭素鋼中の炭素定量用試料の場合は、分析試料を調製操作で汚染させないように特に注意を払う。試料は、ピンセットなどの器具で取り扱う。

### 7.4.4 物理的方法のための分析用試料

円筒状試料の場合は、と石切断機又は切断工具を用いて試料の底部を、通常、厚さ 20 mm～30 mm に切断して、分析用試料とする。切断面は、分析の前にミーリング、グラインダ研削、リニッシングなどで調製する。

プローブ試料の場合は、必要に応じて突起物又はピンを取り除き、ディスクの表面をグラインダ研削又はリニッシングして、試料を代表する面を露出させる。このようにして除去する試料の量は、鋼の化学組成及び試料採取条件によって設定するが、除去層の厚さは、通常、1 mm～2 mm である(A.6.1 参照)。極低炭素鋼の場合は、通常、2 mm 以上除去する。

厚さが 2 段階となっている段付きプローブ試料の場合には、ディスクの厚い部分を調製する。

鉛快削鋼の場合は、表面調製に用いる装置を囲って、集じん排気装置を取り付ける。

**警告** 鉛快削鋼の機械加工及び表面調製で生じた削りくず並びに集じんフィルタで採取したダストは、収集の上、安全に処分する。この際、鉛含有廃棄物に適用される法令に従う。

## 7.5 酸素及び窒素定量用試料の採取及び調製

### 7.5.1 一般事項

窒素だけを定量する場合は、7.2～7.4によって採取及び調製してよい。

### 7.5.2 試料採取方法

酸素及び窒素定量用の溶鋼試料を採取する方法は、市販の採取用プローブを使うことを前提としている（**附属書 A** 参照）。試料採取の操作によって、溶鋼中の炭素と酸素との平衡状態に影響を与えないように、使用方法を定める。試料を汚染させず、かつ、試料調製の各段階で表面酸化物を全て除去する。

直径 5 mm 以下のピン、突起物などのプローブ試料の小さな付属品は、通常、表面酸化物のない分析試料を調製するには適さない。厚さが 2 段階となっている段つきプローブ試料から打ち抜きによって得たコインで十分な場合もある。重力で満たす試料採取用プローブを用いて、より大きな試料を得ることが望ましい場合もある。

プローブは、必ず試料採取前に乾燥する。使用前は、乾燥状態を保っておく。

スポイト付きの石英管で試料を採取する場合は、7.2.1 による。

### 7.5.3 分析試料の調製

過熱しないように研磨して、プローブ試料の表面から酸化生成物を除去する。

プローブ試料のディスクから、薄片を 1 枚切り出し、切断して、分析に適した質量の立方体状の分析試料を得る。

酸素定量用の分析試料の調製は、JIS G 1239 の 9.2（分析試料の調製）によるほか、次による。

分析試料をステンレス鋼製の置台などの治具にしっかりと保持し、細密やすりを用いて六つの面を全て研磨する。試料は、ピンセットなどの治具で取り扱う。

分析試料をアセトン、エチルアルコールなどに浸し、空气中又は低真空中で乾燥する。直ちに分析し、分析試料の調製と定量操作とを連続して行う。

## 7.6 水素定量用試料の採取及び調製

### 7.6.1 一般事項

水素定量用の溶鋼試料を採取する方法は、市販の採取用プローブを使うことを前提としている（**附属書 B** 参照）。試料の採取、保管及び分析試料の調製に際して起こるプローブ試料からの水素の急速な拡散を最小限とし、かつ、制御するように、使用方法を定める。拡散による水素の逸失は、室温下で、かつ、特に直径の小さい試料において著しい場合がある。

プローブ試料は、ひび割れ、表面の空孔及び水分、特に試料中に取り込まれた水分があってはならない。分析試料の状態が、分析値に大きな影響を与える場合がある。吸引による試料採取プローブを用いる場合には、試料に水分混入のリスクがないように、使用方法を定める。

試料採取方法は、溶鋼の温度、分析の方法及び必要な精確さに応じて選択する。これらの相互関係をよく検討し、製鋼方法ごとに、必要な品質の試料を得るために適した方法を確立しておく。分析の質の一貫性を保つために、操作手順の詳細に至るまで厳守する。

試料採取以降のすべての段階、試料の保管及び調製において、プローブ試料及び分析試料は、可能な限り低温に維持する。試料は、冷媒中で保管するが、冷却剤（液体窒素、又はアセトン、エタノールなどとドラ

アイスとをスラリー状としたもの) 中, 冷凍庫又はドライアイスを入れたクーラーボックスが適している。

このような保管は, フェライト鋼では必須である。オーステナイト鋼の水素拡散は, 少ないとされているが, 個別の鋼材に対して, 実験による裏付けがない場合は, これらの冷却方法で保管する。

プローブ試料及び分析試料は, 試料の切断及び分析試料の調製に際して, 低温に保つ。冷却材中に浸して冷却してもよい。冷却後に分析試料の表面に付着した水分は, 除去する。分析試料は, アセトンなどに浸した後, 低真空中に数秒間放置して乾燥することが望ましい。

不適切な冷却又は保管をした試料は, 廃棄する。

研磨による分析試料の表面調製は, 酸化生成物及び表面欠陥の除去にふさわしいが, 最小限にとどめる。分析試料は, 調製した後, 直ちに分析することが望ましい。

### 7.6.2 試料採取方法

ピン状又は鉛筆形で, さまざまな径の試料を得るように設計された, 試料採取用プローブが市販されている (附属書 B 参照)。個別の試料採取用プローブの使用方法は, 製造業者の取扱説明書による。

プローブ試料は, 冷水中で急冷し, 急冷中はその水を勢いよくかき混ぜ続ける。試料を採取した後, 遅滞なく 10 秒以内に急冷する。試料を素早く冷却するために, 鑄型として用いたシリカの覆いは, 急いで除去する。

試料を十分に冷却した後, プローブ試料を冷却剤中に浸すなどして保管し, 分析室に搬送する。

拡散性水素を捕集するようにプローブが設計されている場合は, 試料を十分に冷却して取り扱うために, プローブを急冷する。

スポイト付きの石英管で試料を採取する場合は, 7.2.1 による。

### 7.6.3 分析試料の調製

プローブ試料の中央部分から, 分析に適した質量の分析試料を切り出す。プローブ試料への加熱が最小限となるように切断する。冷却方法は, 切断中に大量の冷却剤を流す, 頻繁に試料を冷却する, 又は双方の組み合わせとする。

分析試料の表面調製は, やすり掛け, グリットブラスト (grit-blasting) 又は軽い研削による。やすり掛けは, 細密やすりを使って手作業で行う。グリットブラストは, 専用のグリットブラスト装置を使用し, グリットによる分析試料の汚染を防ぐ。研削する場合は, 分析試料を頻繁に冷却する。

分析試料をアセトンなどに浸して脱脂し, 乾燥させたのち, 直ちに分析する。乾燥は, 低真空中で行うのがよい。

## 8 型銑からの試料採取及び調製

型銑からの試料採取及び調製は, 附属書 JC に示す。

## 9 鑄鉄品からの試料採取及び調製

**注記** JIS G 0417:1999 の箇条名は、“**鑄鉄品**”と記載していた。

## 9.1 一般

鑄鉄品から**試験室試料**又は**分析用試料**を採取する**場所及び方法**は、受渡当事者間の協定によって、**9.2.2～9.2.4**のいずれかによる。

鑄鉄品から代表する**分析用試料**を採取するためには、特別な注意が必要である。採取した試料と鑄込んだ鑄鉄品との化学組成は、特に、炭素、硫黄、りん、マンガン及びマグネシウムの含有率が異なる場合がある。偏析する元素は、鑄鉄品の上面及び中子の下部に向かって濃化している場合がある。このような領域での**試験室試料**及び**分析用試料**の採取は避けなければならない。断面寸法及び加熱又は冷却に差がある領域には、特別な注意が必要である。りん含有率が高い片状黒鉛鑄鉄、可鍛鑄鉄及び球状黒鉛鑄鉄の試料採取には、配慮が必要である。ねずみ鑄鉄の試料採取の場合で特に偏析のおそれのあるときには、分析用試料の化学組成が鑄鉄品を代表していることを、特に注意して確かめなければならない。

## 9.2 試料採取及び調製

### 9.2.1 一般

試料採取及び調製は、**鑄鉄品の種類**、**鑄造方法**、及び選択した**分析方法**による。

供試材又は**試験室試料**は、付着した砂の粒子の除去及び金属表面の露出のためのワイヤーブラシ、研削又はショットブラストによって清浄とする。中空の鑄鉄品は、**内面及び外面**がともに清浄であることを保証しなければならない。

### 9.2.2 鑄鉄品からの化学的方法用の分析用試料

#### 9.2.2.1 一般

切粉採取のために試料を機械加工する場合には、**超硬工具**を使用し、**低速**（100 rpm～150 rpm）でせん孔して、最少量の細かくて寸法のそろった切粉を採取するように回転速度及び送り量を調節する。試料及び超硬工具が過熱しないように注意する。超硬工具は、破損するリスクがある。破損した場合には、調製した切粉を廃棄する。

フライス研削は、細かい試料の割合が高くなるので使用しない。

切粉は、粉砕による黒鉛の脱落を防ぐために、約 10 mg（100 個/g）の、可能な限り強固でち密なものとする。切粉内で金属及び黒鉛の分布が変化するおそれがあるため、切粉を溶剤で洗淨又は磁選してはならない。ドリルで穴をあけて切粉を採取するには、直径約 10 mm のドリル径が適している。

炭素又は窒素定量用の切粉の粒径は、約 1 mm～2 mm が望ましい。

機械加工が困難な場合、粒径 150 µm 未満の十分な量の**分析用試料**を得るため、試料は、衝撃乳鉢又は振動ミルを用いて小片に砕いてもよい。この方法は、粉砕によって試料が汚染されないことが分かっている場合だけに使用することが望ましい。

#### 9.2.2.2 方法

試料採取及び調製方法は、鑄鉄品の種類に応じて、次による。

a) **ねずみ鑄鉄の場合** 鑄鉄品の中央部分、すなわち、本体の全断面の約 1/3 の範囲から切粉を採取する。

鑄放し表面から採取した切粉は、分析に使用してはならない。また、分析値が採取位置によって変わる可能性がある場合には、できれば、鑄鉄品の形状によっては、鑄鉄品の数箇所をドリルでせん孔して切粉を採取する。この方法で得た切粉を混合して分析用試料とする。

- 1) **大きな断面の鑄鉄品の場合** 鑄鉄品を貫通するまでドリルでせん孔することが不可能な場合がある。このような場合には、断面の半分の深さまでせん孔することを目標とする。
  - 2) **パイプのような中空の鑄鉄品の場合** パイプの両端及び中央を三つのドリルの穴の軸が互いに120°となるようにパイプの壁を通してドリルを貫通させる。
  - 3) **大きな鑄鉄品の場合** トレパニング工具を用いて直径3 mm～5 mmの試験室試料を採取する。試料を小片に破碎し、その小片を衝撃乳鉢又は振動ミルを用いて碎き、粒径150 μm未満の十分な質量の試料を得る。
- b) **可鍛鑄鉄の場合** 分析用試料は、焼なまし前に採取することが望ましい。焼なましによって大きな偏析が起きるので、焼なまし後の鑄鉄品から採取する試料は、その鑄鉄品の断面全体を代表していなければならない。厚さが異なる部分から試料を採取する場合には、特に注意する。
- 焼なまし後の材料を分析する必要がある場合は、機械加工によって全断面を切り出し、碎いて小片とし、衝撃乳鉢又はディスクミルで破碎する。150 μmのふるいでふるい分け、ふるい上及びふるい下の質量をはかる。それぞれを完全に混ぜ合わせた後、質量比ではかりとり、全体を代表する分析用試料とする。
- c) **白銹及び合金鑄鉄の場合** a)によって、ドリルでせん孔して、分析用試料が採取可能である。ドリルによる採取が困難な場合、供試材又は試験室試料の可能な限り断面全体から、のこぎり又は必要に応じて切断と石を用いて薄片を切り出す。切断と石を使う場合、熱影響部を取り除く。薄片を細かく碎いて小片とした後、衝撃乳鉢又はディスクミルで碎き、粒径150 μm未満の十分な質量の分析用試料を得る。

**注記** 可鍛鑄鉄品は、マンガンと硫黄との比率が2:1を超えると、硫化マンガンの偏析が起きやすい。

### 9.2.3 鑄鉄品からの熱分析法用のブロック状試料

9.2.2.2 c)によって、供試材又は試験室試料から薄片を切り出す。

大きな鑄鉄品の場合、トレパニング工具を用いて直径3 mm～5 mmの分析用試料を採取する。分析用試料を碎くか、又はのこぎりで切断して、分析に適した質量の分析用試料を採取する。代表的な数の分析試料を分析し平均値を求める。分析試料とする小片の質量は、約0.3 g以上であることが望ましい。

### 9.2.4 鑄鉄品からの物理的方法用の分析用試料

供試材又は試験室試料からの分析用試料の切り出しには、のこぎり又は切断と石を使用する。

固定ヘッド研削盤による研削、ベルト研削、又はこの二つの方法の組合せによって、切断した表面の仕上げを行う。なお、試料が過熱しないように、空冷することが望ましい。液状の冷却剤を使用してはならない。

分析用試料は、再溶解によって調製してもよい(4.4.5参照)。この場合、試験室試料を碎いて、その全断面から小片を採取する。これらの小片を代表する数だけ再溶解して、分析用試料とする。

再溶解の場合は、白銹化する。一部の元素が部分的に消失するおそれがあるので、4.4.5の要求事項に、特に注意を払わなければならない。

**注記 1** 表面の調製には、固定ヘッド研削盤の方が揺動研削盤よりも好ましい。揺動研削盤では、分析用試料の表面を平たんにできない場合がある。

**注記 2** 遊離黒鉛を含む鑄鉄品から採取した試料は、物理的方法に適していない。このような場合、白銹

組織を得るために試料の再溶解が望まれる。

## 10 製品からの試料採取及び調製

**注記** JIS G 0417:1999 の箇条名は、“鋼材”と記載していた。

### 10.1 一般事項

供試製品から試験室試料又は分析用試料を採取する方法は、特に指定がない場合、10.2 及び 10.3 による。

鉛快削鋼 (10.5)、酸素定量用 (10.6) 及び水素定量用 (10.7) の試料の採取及び調製は、特別な配慮が必要である。

### 10.2 鑄造品の試験室試料又は分析用試料の採取

断面が大きな鑄造品の場合は、断面の中心とふちとの中間位置を軸方向にドリルでせん孔して、切粉状の分析用試料を採取する。この方法で採取が難しい場合は、側面側の断面をドリルでせん孔して、その部位の代表位置となる外面と中心との中間位置から分析用試料を採取する。

ブロック状の試料が必要な場合は、製品の断面の半分又は 1/4 の位置で機械加工などの方法で切断して、試験室試料を採取する。

### 10.3 断面からの試料採取

#### 10.3.1 一般事項

圧延鋼材の試験室試料は、圧延方向に垂直な断面で、製品の片端から採取する。

ブロック状又は切粉状の分析用試料の採取方法は、製品の断面形状によって、10.3.2 による。

#### 10.3.2 鋼片及び鋼材断面からの試料採取

試験室試料は、供試製品の幅方向に薄片状の試料を切り出す。

ブロック状の分析用試料は、試験室試料から分析方法に適した大きさの小片を切り出して採取する。

切粉状の分析用試料は、試験室試料の断面全体をミーリングして採取する。ミーリングが使えない場合は、ドリルでせん孔してもよいが、リムド鋼には、適用しない方がよい。製品断面形状ごとのブロック状及び切粉状試料の採取に適した位置は、次による。

- 断面形状が左右対称な鋼片及び鋼材 (例えば、ビレット、丸鋼、スラブなど) の場合は、中心と表面との中間位置を、切断面を長さ方向にドリルでせん孔して切粉を採取する [図 3 の a) 及び b) 参照]。
- 複雑な断面形状の鋼材 (例えば、山形鋼、T 形鋼、溝形鋼、鋼矢板など) の場合は、ドリルの周りに 1 mm 以上の余裕を残して、図 3 の c), d), e), f) 及び g) に示した位置をせん孔して切粉を採取する。
- レールの場合は、レールの中心線と縁との中間位置で、ドリルでレールの頭を直径 20 mm ~ 25 mm の穴を開けて切粉を採取する [図 3 の h) 及び i) 参照]。

端面又は切断面からドリルのせん孔が難しい場合は、製品の主軸 (長さ) 方向に垂直な表面から内部に向けてドリルでせん孔して切粉を採取してもよい。

#### 10.3.3 鋼板 (鋼帯からの切板を除く。) (以下、鋼板という。) からの試料採取

ブロック状又は切粉状の分析用試料は、鋼板の中心線と幅の縁との中間位置から、試験室試料の調製に適した大きさに採取する [図 3 j] の例では、試験室試料の幅は、50 mm である。]。この方法で採取が難しい場合は、受渡当事者間で協定した位置から鋼板の組成を代表する試料を採取する。

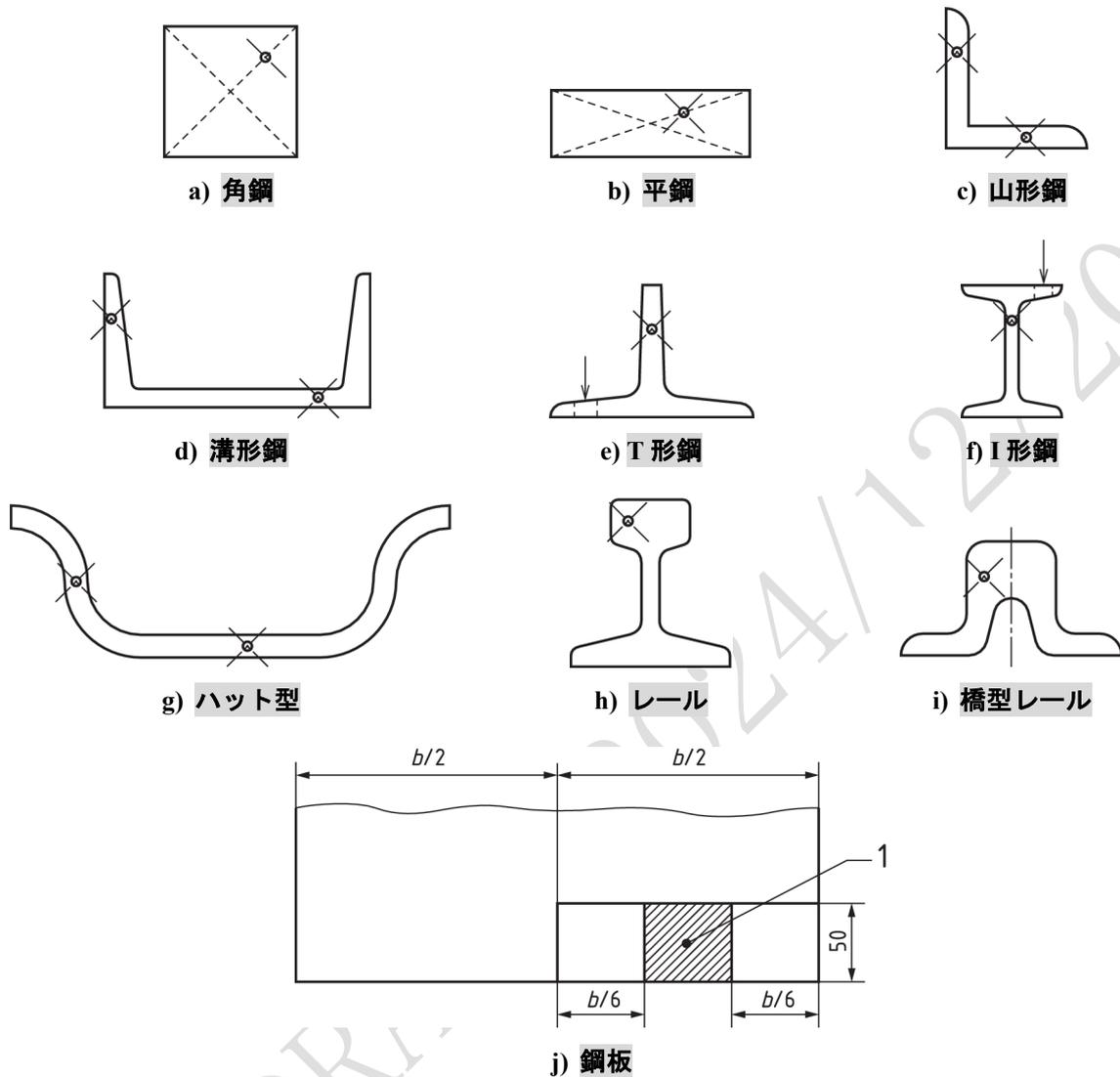
#### 10.3.4 軽量形鋼，棒鋼，鋼帯（鋼帯からの切板を含む。）（以下，鋼帯という。），線材及び線からの試料採取

供試製品の断面積が十分に大きい場合は、試験室試料を幅方向に薄片状に切り取る。分析用試料の採取は、10.3.2 又は次による。

供試製品の断面積が機械加工するには不十分な場合（例えば、鋼帯、線材など）は、鋼材を適切な長さに切断、又は折り曲げた上で結束して得た横断面を切削する。

鋼帯の厚さが薄く十分な幅がある場合は、鋼帯の中心線と幅の縁との中間点から得た試料 [図 3 j] の例示参照] を結束し、長さ方向又は幅方向の面をフライス切削する。

圧延方向が不明な鋼帯は、直交する二つの長さ方向の試料を合わせて結束する。

**記号説明**

- 1 : 分析用試料  
b : 幅

図 3—鋼材断面の試料採取位置

### 10.3.5 鋼管からの試料採取

試料採取は、次のいずれかの方法によってもよい。

- a) 溶接鋼管は、溶接部を含まない位置で、試験室試料を採取する。

**注記** 対応国際規格では、“溶接部から 90° の位置”と規定している。

- b) 鋼管を切断し、切断面を旋盤による切削又はフライス加工して切粉状の分析用試料を得る。断面の小さな鋼管は、研削前に平らにつぶしてもよい。
- c) 試料表面の酸化層を除去し、鋼管の円周方向の数箇所を、板厚方向にドリルでせん孔して、切粉状の分析用試料を得る。

## 10.4 分析用試料の調製

### 10.4.1 一般事項

鋼材からの試料調製方法は、4.4による。個別の要求事項は、10.4.2及び10.4.3による。

### 10.4.2 切粉状の分析用試料

機械加工によって得る切粉は、分析用試料の調製に際して破砕作業が不要又は最低限となるような大きさとする。個々の切粉質量が、炭素鋼及び低合金鋼の場合約10 mg (100個/g)、高合金鋼の場合約2.5 mg (400個/g)となる大きさに調製することが望ましい。

分析に適した大きさとなっていない場合は、衝撃乳鉢で砕く。

**注記** ダクタイル鋳鉄は、砕くことが困難である。

機械加工は、微粒子が生じないように行う。分析用試料が、約50 µm (黒鉛、炭素、硫黄などの切粉の大きさによって偏析しやすい元素の場合は500 µm)未満の粒子を含んでいる場合は、粗い粒子と細かい粒子とを分級し、それぞれの質量をはかる。分析用の代表試料は、それぞれの重量比に応じた質量をはかりとって調製する。

窒素定量用の試料の場合は、機械加工の過程で細かい粒子が大気中で窒化され、切粉の汚染リスクがある。試験室試料を機械加工して分析用試料を得る場合は、約50 µm未満の粒子が可能な限り生じないように、かつ、アルゴン雰囲気中で調製することが望ましい。切粉は、密閉容器に保管するとよい。

炭素含有率が極微量の分析試料、例えば、IF鋼 (interstitial free steel) の場合は、切粉は、大気などに含まれる炭素質物質による汚染リスクがある。切粉は、密閉容器に保管し、不活性ガス雰囲気とすることが望ましい。定量直前に分析試料を事前加熱して表面付着・吸着炭素を除去するか、波形分離法などによって表面炭素と内部炭素とを分別定量することが望ましい。あるいは、打ち抜きによって得たコインのような固体を分析試料としてもよい。

### 10.4.3 ブロック状の分析用試料

断面が小さい、鋼帯又は薄鋼板のような製品の場合、熱的分析法用の分析試料は、ニブリング (nibbling) で、製品の縁から小片として調製してもよい。あるいは、厚さ4 mm～6 mmのコインを打ち抜いて調製してもよい。

物理分析法用の供試製品、試験室試料又は分析用試料は、研磨切断機を用いて、厚さ10 mm～30 mm程度の試料を調製する。試料の表面は、分析前にリニッシングする。

供試製品が厚さ約1.5 mm以下の場合は、発光分光分析方法の放電に際して起こる局所的な加熱を抑える必要がある。例えば、分析用試料の縁を鋼の小さなブロックに溶接する、分析面以外の試料をすずなどに埋め込む、試料を厚さ3 mm～5 mm程度の鋼の上に置いて過熱を防止するなどの方法がある。

## 10.5 鉛快削鋼の試料採取

試料採取及び調製の操作は、粉じん粒子の発生を最小限とするように注意する。

試験室試料は、供試製品をのこぎり切断して、採取する。

切粉は、試料の過熱及び粉じんの発生防止のために、低速で切削して採取する。

物理的方法用の分析用試料の表面調製に用いる装置は、囲った上で、集じん排気装置を取り付ける。

**警告** 鉛快削鋼の機械加工及び表面調製で生じた削りくず及び集じんフィルタで採取したダストは、収集の上、安全に処分する。この際、鉛含有廃棄物に適用される法令に従う。

## 10.6 酸素定量用試料の採取及び調製

### 10.6.1 一般事項

試料の採取及び調製の各段階で、汚染を防止すること、及び表面酸化物を除去することが基本となる。

分析試料を手で触れてはならない。ピンセットなどの治具で取り扱う。酸素含有率が非常に低い鋼の場合は、分析試料の機械加工を不活性ガス雰囲気で行うことが望ましい。

### 10.6.2 試料採取方法

試料採取方法は、次のいずれかによることが望ましい。

- 電動のこぎり (mechanical saw) を用いて、試験室試料を適切な形に切断する。試料は、例えば、小さな板状又はディスク状とする。のこぎり (hand saw) を用いて、この試料から分析に適した質量の分析試料を切り出す。
- 試験室試料を、厚さ 3 mm~4 mm の薄片状に切断する。JIS R 6010 に規定する P60 より細かい粒度の炭化けい素研磨紙を用いて試料の表面をリニッシングした後、切歯の付いた回転工具 [バリ取り (burr)] を用いて、約 30 000 rpm で研磨する。

調製後の試料表面の状態は、平滑で金属光沢があり、かつ、欠陥のないものとする。

分析試料は、直径 4 mm~6 mm の打ち抜き機を用いて、分析に適した質量のコインを打ち抜いて、調製する。打ち抜きの際は、アルゴン又は窒素で置換したガラス製容器に分析試料を受け、蓋又は栓をする。

- 試験室試料を、断面約 10 mm 四方、長さ約 100 mm の直方体状に切り出した後、旋盤を用いて約 1 000 rpm の速度で切削し、直径約 7 mm とする。引き続き 800 rpm~1 000 rpm の速度で、送り速度を 1 回転あたり 0.1 mm~0.15 mm 程度に制御して、直径 6 mm まで切削する。調製後の試料表面の状態は、平滑で金属光沢があり、かつ、欠陥がないものとする。機械加工に際しては、潤滑性の冷却剤を使用しない。

加工した試料から分析に適した質量の分析試料を、のこぎり で切り出す。

### 10.6.3 分析試料の調製

酸素定量用の分析試料の調製は、JIS G 1239 の 9.2 (分析試料の調製) によるほか、次による。

10.6.2 b) の場合は、分析試料及び分析用試料が酸化されていなければ、打ち抜いたものを直接 (又は、短時間ガラス瓶に保管した後) 分析試料としてもよい。10.6.2 a) 及び c) の場合は、分析試料をステンレス鋼製の置台などの治具にしっかりと保持し、細密やすり又は 10.6.2 b) のバリ取りによって、表面を研磨する。

10.6.2 c) で得た分析試料は、分析試料の円筒状の表面を、やすりがけを必要としないくらい十分に平滑としておく。両端の面も、やすりを用いて調製することが望ましい。分析試料をアセトンに浸し、空気中又は低真空中で乾燥した後、直ちに分析する。

分析試料の調製と定量操作とを連続して行う。

## 10.7 水素定量用試料の採取及び調製

### 10.7.1 一般事項

試料採取、保管及び分析試料の調製に際して起こる、試料からの水素の急速な拡散を最小限とし、かつ、制御するように、採取及び調製方法を定める。なお、オーステナイト鋼の水素拡散は、少ないとされている。試料は、ひび割れ、表面の空孔及び水分があってはならない。分析試料の状態が、分析値に大きな影響を与える場合がある。すなわち、水が存在すると分析の感度が異なる場合がある。

分析の質の一貫性を保つために、操作手順の詳細に至るまで厳守するのが望ましい。

室温下で、特に断面が薄い試料においては、拡散による水素の逸失が著しい場合がある。試験室試料、分析用試料及び分析試料は、採取、保管及び調製の全ての工程において、可能な限り低温に維持する。分析用試料は、液体窒素の他、アセトン、エタノールなどとドライアイスとをスラリー状にした冷却剤中で保管に適している。

試料及び分析試料は、試料の切断及び分析試料の調製においても、低温に保っておく。冷却方法は、機械加工中に大量の冷却剤を流す、試料及び分析試料を頻繁に冷却する、又は双方の組み合わせとする。冷却剤中に浸して冷却してもよい。断面が大きな試料の場合は、ドライアイスと一緒に袋詰めして、良好な熱的接触状態を維持する。機械加工の待ち時間がある場合は、加工途中の試料を冷却剤中に戻して保管する。

冷却後の分析試料表面に付着している水分は、全て除去する。分析試料は、アセトンなどに浸して脱脂し、低真空中で数秒間乾燥する。

不適切な冷却又は保管をした試料は、廃棄する。研磨による分析試料の表面調製は、酸化生成物及び表面欠陥の除去に必要とはいえ、最小限にとどめる。分析試料は、調製した後、直ちに分析する。

### 10.7.2 試料採取方法

分析用試料は、供試製品の小片又は製品の幾何学的な形状に応じて、旋盤による切削、ミーリング、のこぎり切断、スライス切断、孔開けなどに適した機械加工用工具で調製する。

鋳造品又は鍛造品の試験室試料は、適切な大きさの分析用試料を、中心部から採取する。

長尺の鋼材の試験室分析用試料は、のこぎり又は切断と石で、鋼材断面の中心線と表面との中間位置で、長さ方向の端面から厚さ、径などの半分以上離れた位置から採取することが望ましい。分析用試料は、試験室試料から切り出した試料を、旋盤を用いて適切な大きさに調製する。

分析用試料は、冷却剤中で保管する。

### 10.7.3 分析試料の調製

分析試料は、分析に適した質量を、試料への加熱が最小限となるように分析用試料を切断して調製する。試料は、頻繁に冷却する。

分析試料の表面調製は、やすり掛け、グリットブラスト又は軽い研削による。やすり掛けは、細密やすりを使って手作業で行う。グリットブラストは、専用のグリットブラスト装置を使用し、グリットによる分析試料の汚染を防ぐ。研削する場合は、分析試料を頻繁に冷却する。

分析試料をアセトンなどに浸して脱脂し、乾燥させた後、直ちに分析する。乾燥は、低真空中で行うのが

よい。あるいは、分析試料を 2-プロパノール（イソプロピルアルコール）に浸して脱脂し、ジエチルエーテルで乾燥してもよい。

JIS DRAFT 2024/12/20

## 附属書 A (参考)

### 溶銑及び溶鋼からの試料採取用プローブ

#### A.1 一般

溶銑及び溶鋼から試料を採取する使い捨てプローブは、プレス加工した鉄、セラミックス、シリカ管などで作製した小さな鋳型を、厚い紙管内に組み込んでいる。

さまざまな試料採取用プローブが市販されている。その主な特徴を、A.2～A.4 に、実例を、図 A.1～図 A.7 に示す。

#### A.2 浸せきによる試料採取プローブ

##### A.2.1 一般事項

浸せきプローブは、紙管内、又はプローブに直接取り付けられた鋼管ランスを用いて、手作業又は機械装置によって溶湯中に挿入して、試料を採取するものである。溶湯に浸せきする時間は、プローブの設計及び試料採取の条件、特に溶湯の温度によるが、通常、3秒～8秒である。

ランスは、鋳型の空げき部の空気及び紙管の燃焼で生じるガスが抜けやすいように作られている。ランスの浸せき・引き抜きといった制御をするための操作レバーが付いている。

とりべ及び二次精錬の鍋からの試料採取は、ランスを上下させる機械装置の使用が望ましい。

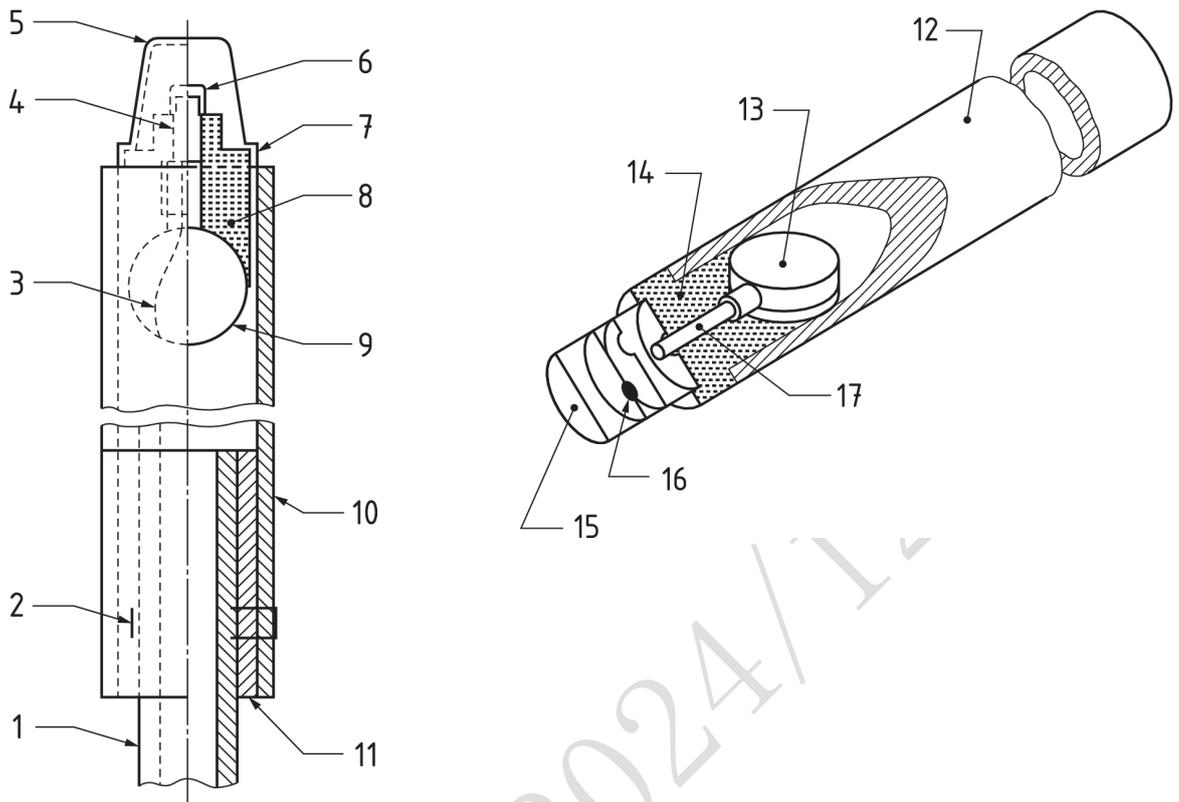
試料室に隣接して、シリカ管の中に測温用熱電対を組み込んでいるプローブもある。転炉で用いる測定サンプランスは、分析用試料の鋳型を測定用のセンサーと一緒に組み込んでいる場合がある。

溶湯の酸素をオンライン制御するため、熱電対及び酸化ジルコニウムセルを組み込んだプローブもある(例えば、図 A.7 参照)。

##### A.2.2 静圧で充填する浸せきによる試料採取プローブ

試料室内に静圧で充填するプローブは、耐火物で隔てられた鉄製の分割鋳型(以下、割型という。)を、紙管で保持している。鋳型の底には、スラグ及びその他の汚染物質が入り込まないように、薄い鋼製の保護キャップをしたシリカ管又は石英管が付いている。紙管は、長さ 200 mm～1 500 mm 又はそれ以上といろいろあるが、浸せき中の飛散防止のために、耐火物を部分的に塗布する場合もある。

このプローブは、主に、炉中及びとりべ中の溶鋼からの試料採取に使用する。図 A.1 に 2 種類の例を示す。



a) 試料チャンバ内に脱酸剤が入っている例

b) 混合チャンバ内に脱酸剤が入っている例

## 記号説明

- 1: 保護管
- 2: ステイプル (押さえ)
- 3: 脱酸剤
- 4: 石英管
- 5: キャップ
- 6: チャンバキャップ
- 7: 接着剤
- 8: 砂
- 9: 試料室

- 10: 外部スリーブ
- 11: スリーブ
- 12: 紙管
- 13: 割型
- 14: 砂ホルダ
- 15: スラグキャップ
- 16: 脱酸剤 (混合室内)
- 17: シリカ管

図 A.1— 静圧で充填する液浸試料採取プローブの例

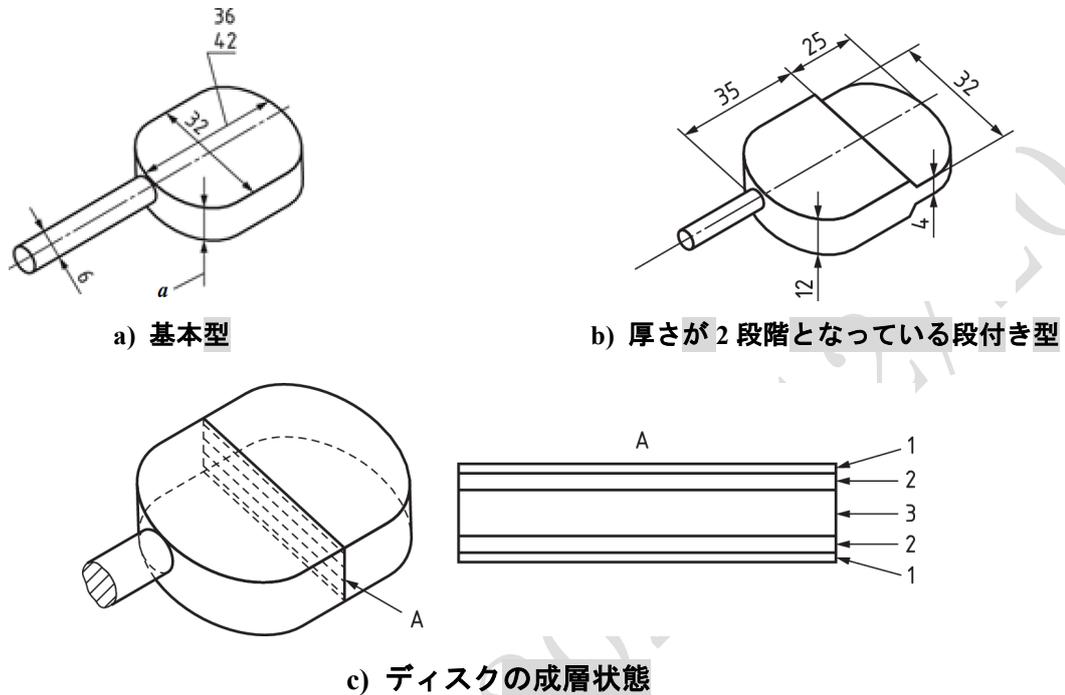
## A.2.3 試料の形状

静圧で充填する浸せきプローブで採取する試料には、いろいろな形状がある。主な 3 種類のプローブ試料は、次による。

- a) **ディスクとピンとの一体型** 一例を、図 A.2 a) に示す。ディスクの部分は、物理的方法に使用し、ピンの部分は、必要に応じて、熱的方法に使用する場合がある。ディスクの部分の形状は、だ円形状、円形状などがよい。
- b) **多数の突起部が付いたディスクとピンとの一体型** 突起の質量は、0.5 g 又は 1 g で、ディスクから容易に折ることができ、必要に応じて、熱的方法の分析試料として使用する。
- c) **厚さが 2 段階となっている段付き型** 一例を、図 A.2 b) に示す。ディスクの部分は、厚さが一部薄く、コインを打ち抜くのに適している。コインは、直径 4 mm～6 mm で、熱的方法の分析試料に用いる。ディスクの厚い部分は、物理的方法に使用する。試料の硬さがロックウェルで約 25 HRC を超える場合

は、(化学組成が変化しない) 適切な雰囲気又は環境で熱処理を行い、試料を軟らかくして打ち抜き易くしてもよい。製品への熱処理と異なる熱処理を行った場合、元素の定量値に影響する場合がある。

単位 mm



#### 記号説明

- 1: 偏析・酸化層
- 2: 代表試料層
- 3: 気孔・収縮層
- a: ディスク部の厚さ (8又は12)

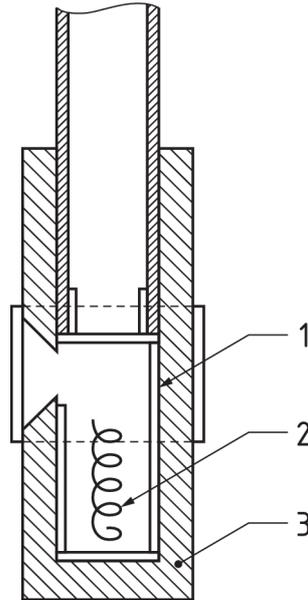
図 A.2—ディスクとピンとの一体型試料の例

#### A.2.4 重力で充填する浸せきによる試料採取プローブ

図 A.3 に示すプローブは、試料室内を重力で充填するが、耐火物製部品の中に鋼製の二分割又は四分割型の円筒状の鋳型を、紙管に取り付けている。

鋳型の入り口は、側面にあり、スラグの進入を防いでいる。器具には、浸せき時の飛散防止のために、耐火物のスリーブ管を付ける場合がある。プローブ全体の長さは、400 mm～800 mm である。浸せき時間は、通常、2～3 秒間である。

このプローブは、ディスクとピンとの一体型の試料が分析に適さない場合で、とりべからの溶銑及び溶鋼、並びに鋼塊鋳型及び連続鋳造設備のタンディッシュからの溶鋼の試料採取に使用する。通常、試料の大きさは、直径 30 mm、長さ 70 mm である。



#### 記号説明

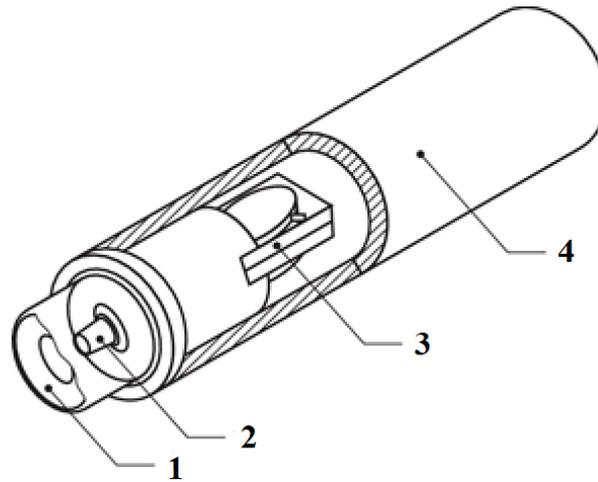
- 1 : 鋼製鋳型
- 2 : 脱酸剤
- 3 : 飛散防止カバー

図 A.3—重力で充填する浸せきによる試料採取プローブの例

#### A.2.5 高炉溶銑の浸せきによる試料採取プローブ

高炉の湯道、トピードカー、搬送鍋（transfer ladle）などからの試料採取には、それぞれ専用のプローブを用いる。これらのプローブには、試料の溶銑を急冷するのに適した厚さの冷却板を装備している。プローブの例を、次に示す。

- a) **多数の突起部が付いたディスクとピンとの一体型の試料を採取するプローブ** 静圧で充填する浸せきプローブ（A.2.2 参照）の一種で、厚い鋼製の割型又は鋼製の冷却板のいずれかを用いている。このプローブの例を、図 A.4 に示す。試料のディスク部の厚さは、5 mm～6 mm としている。溶湯への浸せき時間は、採取工程によって異なり、5 秒～9 秒程度である。通常、ピンの直径は、4 mm である。
- b) **流動性のよい溶湯試料を採取するプローブ** プローブは、溶銑がこぼれるリスクがないように設計されている。鋳型の側面に入り口があり、一枚以上の鋼製冷却板を砂ボディ（body of sand）で保持して、紙管に接続している。このプローブには、分割型又は一体型のピン鋳型を組み込む場合がある。このピンの大きさは、直径 6 mm、長さ 45 mm である。通常、ディスク部の直径 35 mm、厚さは、必要な金属組織によって 4 mm～12 mm としている。



#### 記号説明

- 1 : 金属キャップ
- 2 : 試料入り口
- 3 : 組織の白銹化を促進する急冷用鋼製鋳型 (厚さ 6 mm)
- 4 : 外部保護用紙管 (飛散防止のために被覆する場合がある。)

図 A.4—高炉溶銹の浸せきによる試料採取プローブの例

#### A.2.6 真空溶解炉の浸せきによる試料採取プローブ

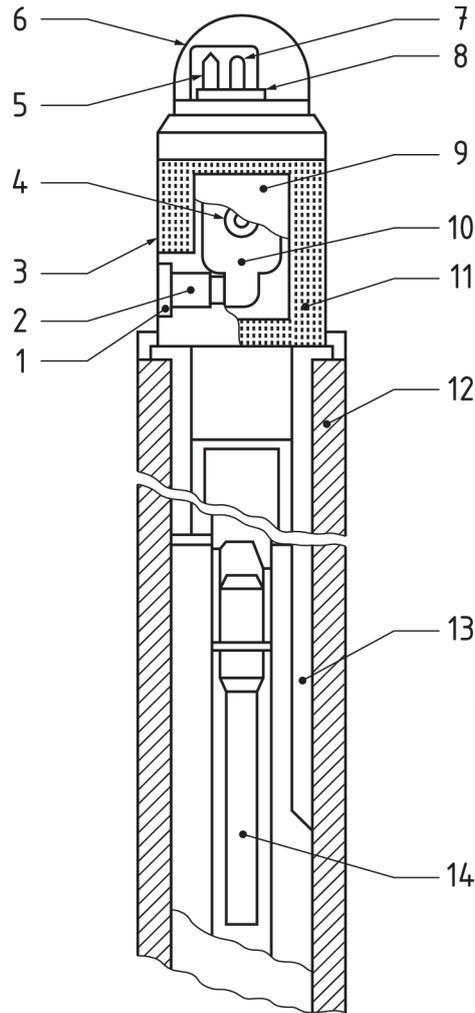
真空溶解炉の溶鋼から試料を採取する専用プローブがある。

例えば、耐火物製の管状の試料採取機構を、炉の挿入システム (furnace charging system) の中にワイヤロープでつり下げて設置し、重力を利用して溶湯面の垂直方向から浸せきする。試料は、円筒状で、直径 35 mm としている。

#### A.2.7 試料室を有するサブランスプローブ

転炉のサブランスで使用する測定センサー類と、溶鋼試料を採取する鋳型とを組み合わせる場合がある。A.2.2 の鋳型は、吹錬中 (in-blow operation) 及び吹錬後 (end-blow operation) のいずれのサブランスにも使用している。吹錬中は、別の鋳型で直方体状の試料を採取してもよい。通常、試料の大きさは、40 mm × 30 mm、厚さ 20 mm としている。

一例を、図 A.5 に示す。溶鋼の液相線温度 (liquidus arrest)、溶鋼温度、酸素活量などを測定するセンサーを内蔵しており、測定と併行して試料採取可能なように、入り口が側面に付いた直方体の鋳型を組み込んでいる。



#### 記号説明

- |                 |                       |
|-----------------|-----------------------|
| 1 : 側面充填物       | 8 : 鉄製接触電極            |
| 2 : 脱酸剤         | 9 : 金属製冷却板            |
| 3 : 紙管          | 10 : 試料室              |
| 4 : 液相線温度測定用熱電対 | 11 : 砂ボディ (sand-body) |
| 5 : 酸素濃度計       | 12 : 紙管               |
| 6 : 保護キャップ      | 13 : 脱ガス              |
| 7 : 熱電対         | 14 : 接合用              |

図 A.5—試料室を有するサブランスプローブの例

### A.3 流れからの試料採取用プローブ

図 A.6 a) のプローブは、覆いがないシリカ管の入り口が付いた鋼製の割型を、長さ 100 mm~225 mm の紙管にプラグで保持している。試料は、ディスクとピンとの一体型である。

溶銑の試料採取には、つくりの異なる鋳型を用いている。

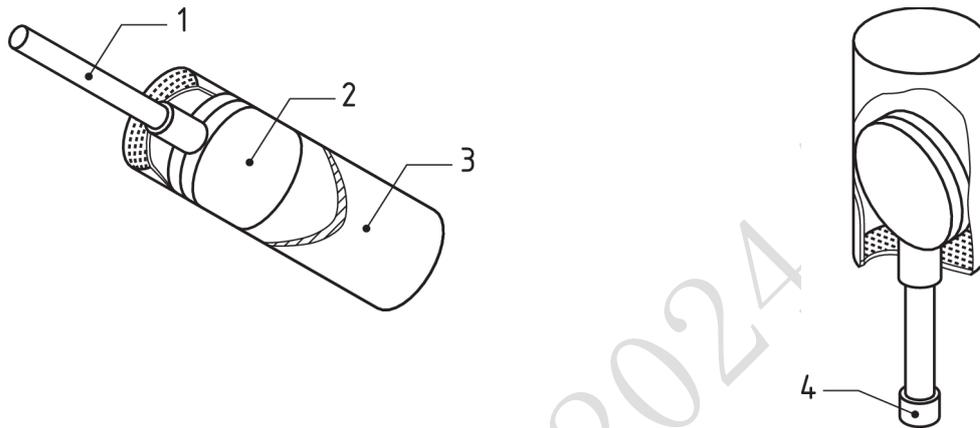
流れからの試料採取用のランスは、プローブが金属の流れに対して約 45°の角度となるように設計されており、ランスの支持方法は、いくつかある。試料採取時間は、通常、2 秒程度である。

このプローブは、とりべから流れ出る溶銑及び溶鋼からの試料採取に使用している。

#### A.4 吸引による試料採取用プローブ

図 A.6b) のプローブは、鋼製の割型を、長さ 125 mm 程度の紙管にプラグで保持している。鋳型には、スラグ、鋳込みパウダなどの混入防止用保護キャップをした、覆いのないシリカ管が付いている。鋳型の中を部分的に真空とするために、手動ポンプ、ベンチュリー真空ポンプなどを用いて、空気を鋳型から抜く。試料採取時間は、通常、2 秒程度である。

このプローブは、小さな炉、鋼塊鋳型、連続鋳造設備の鋳型及びタンディッシュからの中の溶鋼試料の採取に使用する。試料は、ディスクとピンとの一体型である。



a) 流れからの試料採取用プローブ

b) 吸引による試料採取用プローブ

#### 記号説明

- 1: シリカ管
- 2: 分割モールド
- 3: 紙管
- 4: キャップ

図 A.6—流れからの試料採取用プローブ及び吸引による試料採取用プローブの例

#### A.5 試料採取用プローブの脱酸機構

溶鋼試料の採取用プローブには、線状又はペレット状の脱酸剤を、酸化され発泡している溶鋼中に均一に拡散するように組み込んでいる。脱酸剤をプローブに組み込む方法は多々あるが、例えば、次による。

- 図 A.1 a) 及び A.3 のように、試料室中に脱酸剤を入れる。
- 試料室入り口の管の中に脱酸剤を入れる。
- 試料室とは別の混合室 (separate chamber) 中に脱酸剤を入れる。図 A.1 b) では、鋼が試料室に入る前に、脱酸剤と溶鋼とを十分に混合している。混合室が更にもう一つあるプローブもある。

脱酸剤は、溶湯の種類及び分析の仕様に依じて、通常、アルミニウム、ジルコニウム、チタンなどを使い分けている。

#### A.6 試料の品質

**A.6.1** ディスク試料の表面は、欠陥及び酸化物が存在するだけでなく偏析しがちであり、中心部分は、気孔が多く、収縮などの熱影響を受けている場合がある [図 A.2 c)参照]。物理的方法用のディスクの表面仕上げには、特段の注意を払い、試料の化学組成を代表する金属層を露出させる。

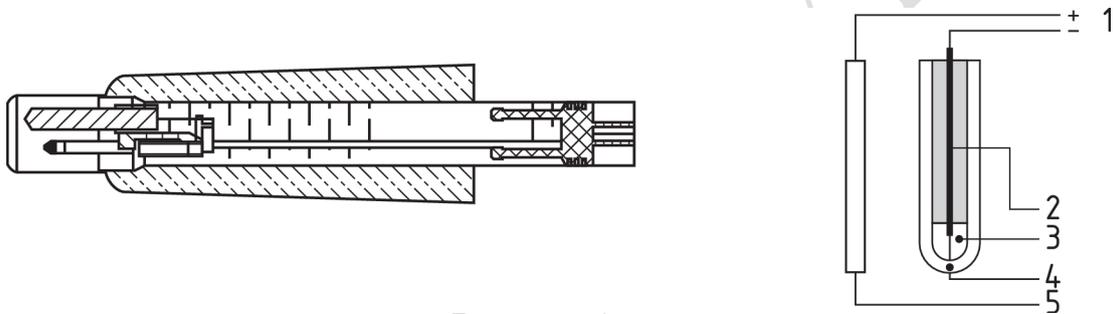
溶鋼から得たディスク試料は、通常、表面から 1 mm～2 mm を除去して、適用する物理的方法に適した試料表面を得る。

**A.6.2** 溶銑から採取した白銑化試料は、ディスクの厚さによって金属組織が異なるため、表面から除去する量が厚さによって異なる。分析の目的が、白銑又はねずみ銑鉄の金属組織のいずれかによって、使用する試料採取用プローブ及びディスク試料の調製法を選択するのが望ましい。

物理的方法は、表面の金属組織を白銑とする。

溶銑から得たディスク試料は、通常、試料の表面から 0.5 mm～1 mm 程度除去している。

**A.6.3** 日常作業では、調製した試料が分析方法に適していることを定期的に検査することが望ましい。



#### 記号説明

- 1 : 起電力 (酸素)
- 2 : 接触電極 (モリブデン)
- 3 : 固体参照電極 (Cr/CrO)
- 4 : 固体電解質 [ZrO<sub>2</sub>(MgO)]
- 5 : 浴接触電極 (鉄)

図 A.7—溶鋼中酸素含有率のオンライン制御用プローブの例

## 附属書 B (参考)

### 溶鋼からの水素定量用試料採取プローブ

#### B.1 一般事項

溶鋼から水素定量用試料を採取する使い捨てプローブは、プレス加工した鉄、シリカ管などの鋳型で構成し、厚い紙管内に組み込んでいる。

プローブは、直径 7 mm~12 mm、長さ 75 mm~150 mm のピン状又は鉛筆形の試料を得るように設計され、とりべ、鋼塊鋳型、連続鋳造設備の鋳型、及びタンディッシュからの溶鋼試料の採取に使用する。

さまざまな試料採取プローブが市販されている。その主な特徴を、B.2 及び B.3 に、実例を、図 B.1 に示す。

#### B.2 浸せきによる試料採取プローブ

浸せきによる試料採取プローブは、次の 2 種類がある。

- a) 図 B.1 a) に示すプローブで、内径 7 mm~9 mm のシリカ管が保護用の紙管に入っている。シリカ管の上端が開放状態で、底端にアルミニウムはく(箔)製のキャップを付けて、汚染物質の侵入を防いでいる。紙管は、長さ 250 mm 又は 400 mm で、飛散防止のために耐火物を塗布している。

このプローブは、鉄の液相線温度 (liquidus point) 付近で、溶鋼の試料採取に使用する。

- b) 図 B.1 b) に示すプローブで、内径 10 mm~12 mm のシリカ管を、紙管で保持している。プローブの上端を開放している、又はアルミニウムはくで覆っている。シリカ管の側面に、アルミニウムはくで覆った入り口がある。シリカ管には脱酸剤として、通常、0.1 g 程度のアルミニウム線を入れる。

このプローブは、溶鋼からの試料採取に広く使用している。

#### B.3 吸引による試料採取プローブ

吸引による試料採取プローブは、次の 2 種類の基本形がある。

- a) 図 B.1 c) に示すプローブで、鋼製スリーブ及び高純度鉄製の内径 4 mm の試料室からなる。プローブは、紙管に取り付けてあり、耐熱材料で覆われている。プローブには、スラグの侵入を防ぐキャップをかぶせる場合もある。

溶鋼中に浸すと、可融性のキャップが溶解し、溶鋼が真空の試料室に吸引され、鋼が凝固してプローブを閉鎖する。試料から拡散した水素は、外側の真空室 (evacuated chamber) に捕集される。専用の分析装置にプローブを挿入し、プローブに孔をあけて拡散性の水素を定量している。

試料中に残存する水素は、試料室から試料を取り外した後、別個に定量してもよい。

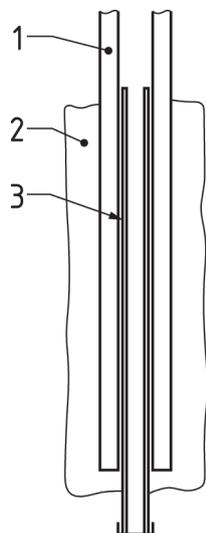
このプローブは、パイレックス®<sup>1)</sup>製の真空用の管 (1.3 Pa 未満) で製作する。このプローブの長所は、試料が満たされるまで、プローブの内側が汚染されないことにある。

**注<sup>1)</sup>** パイレックスは、コーニング社が供給する製品の商標名である。この情報は、この規格の利用者の便宜を図って記載するもので、この製品を推奨するものではない。

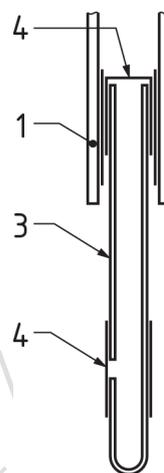
- b) 図 B.1 d) に示すプローブで、内径 7 mm~9 mm、長さ 75 mm のプレス加工した鋼製の割型に、シリカ管が付いている。鋳型は、つば (collar) で紙管に取り付けてある。ベンチュリー真空ポンプなどを用いて、部分的に真空とするために、鋳型から空気を抜く。

**B.4 オンライン定量用プローブ**

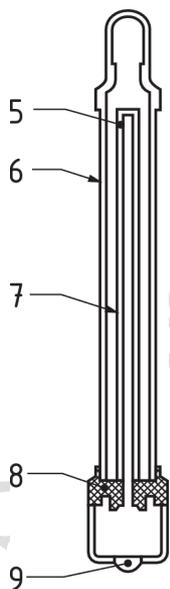
溶鋼中の溶存水素を定量するオンラインプローブもある [例えば, 図 B.1 c) 参照]。このようなプローブを用いると, 試料調製が不要, かつ, 高精度な水素の迅速定量が可能となる。



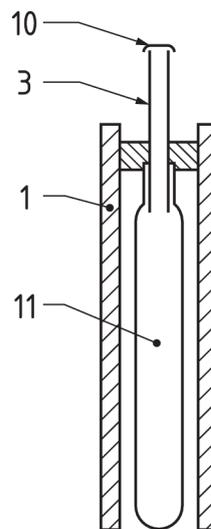
a) 浸せき試料採取プローブ



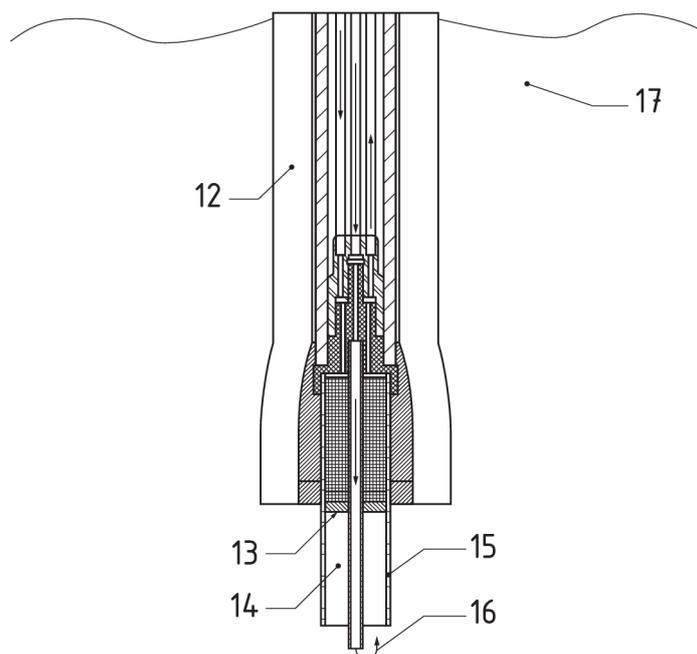
b) 浸せき試料採取プローブ



c) 真空試料採取プローブ



d) 吸引による試料採取プローブ



e) 溶鋼水素定量用オンラインプローブ

記号説明

- |                |                     |
|----------------|---------------------|
| 1: 紙管          | 10: 金属製キャップ         |
| 2: 飛散防止用被覆     | 11: プレス加工した鋼製分割モールド |
| 3: シリカ管        | 12: 毛織スリーブ          |
| 4: アルミニウムはく    | 13: 多孔質セラミックス製の飛散保護 |
| 5: 孔           | 14: 水素及び窒素の混合ガス     |
| 6: 鋼製外部ケース     | 15: 熔融シリカ           |
| 7: 鉄モールド       | 16: 窒素ガス            |
| 8: シール         | 17: 溶鋼              |
| 9: 可とう（撓）製キャップ |                     |

図 B.1—水素定量用の溶鋼試料採取プローブの例

## 附属書 JA (参考)

### スプラッシュ試料の採取設備及び調製鑄型

#### JA.1 一般事項

炭素含有率（質量分率）が 0.8% 以上の溶鋼湯は、急冷・凝固した後、研削による分析試料の採取が困難な場合がある。このような場合に、スプラッシュ試料採取が適用可能である。

#### JA.2 スプラッシュ試料採取設備

スロープのついた表面の清浄な鉄板にスプーンで採取した溶湯を流し、凝固させる。スプラッシュ試料採取設備の一例を図 JA.1 に示す。

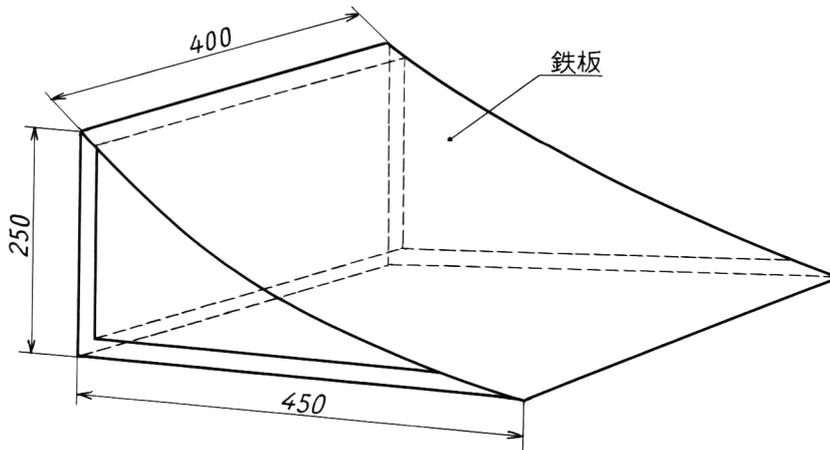


図 JA.1—スプラッシュ試料採取設備の例

#### JA.3 スプラッシュ試料調製鑄型

スプラッシュ試料採取設備で採取した板状試料をハンマで 10 mm～20 mm に粗砕した後、スプラッシュ試料調製鑄型に入れ、飛散しないように注意しながら鉄棒で粉碎して、1 mm～2 mm に調製する。スプラッシュ試料調製鑄型の一例を図 JA.2 に示す。

単位 mm

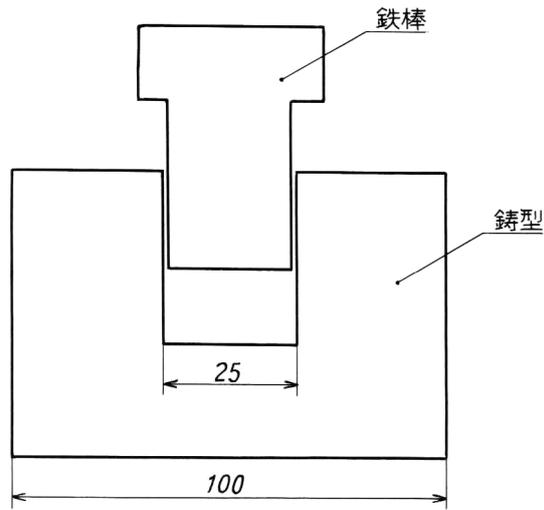


図 JA.2 - スプラッシュ試料調製鑄型の例

JIS DRAFT 2024/11/20

## 附属書 JB (参考)

### 溶銑からの試料採取及び調製

#### JB.1 一般事項

この附属書は、スプーン又はプローブによる溶銑からの試料採取及び調製方法を示す。溶銑は、通常、溶湯をトーチピード鍋に注ぐ湯道、搬送鍋、とりべでの二次精錬中、溶湯の鑄型への鑄込み中などで採取している。

溶銑の化学組成は、高炉からの出銑過程で変動する場合がある。平均組成を定量するために、溶湯から二つ以上の試料を一定の時間ごとに採取することが望ましい。

物理的方法を用いる場合、試料採取の方法は、選択した分析方法の要件に適合した金属組織となるように定め、溶融金属を急冷することが望ましい。

#### JB.2 スプーンによる試料採取

##### JB.2.1 採取方法

溶湯からの試料採取は、予熱した鋼製又はセラミックファイバー製のスプーンを溶湯中に浸し、溶銑を満たす。スプーンを引き上げ、スプーン内の溶銑の表面にあるスラグをすくって除去する。

溶湯の流れからの試料採取は、予熱した鋼製又はセラミックファイバー製のスプーンをとりべからの流れに差し入れて、溶銑を満たす。

スプーンから溶銑を直ちに金属製の鑄型に注ぎ入れ、可能な限り急冷する。鑄型から試料を取り外し、押湯などがあれば折って除去する。

溶銑は、冷たい鑄型に注ぎ入れて、適切に白銑化する。必要があれば、使用前に鑄型を空冷しておく。鑄型には、水分が付着してはならない。

コインと呼ぶディスク状の試料は、二つの部分からなる鋼/銅/銅クロム合金製の鑄型で得る場合がある。この鑄型は、二つの部分を合わせ固定して使用している。一つが平らな冷却板で、もう一つが鑄込みのための溝を付けたブロックである。

**注記 1** 試料の代表的な大きさは、直径 35 mm～40 mm、厚さ 5 mm～6 mm である。

**注記 2** 鑄鉄の場合、試料の厚さが 6 mm を超えると、完全な白銑組織とはならない。

鑄型から試料を取り外しやすくするために、鑄型の溝の壁面にこう（勾）配を付ける場合がある。

**注記 3** 例えば、直径が 32 mm から 38 mm となるようなこう配としている。

**注記 4** コインは、鑄型の中で垂直又は水平に鑄込んでいる。

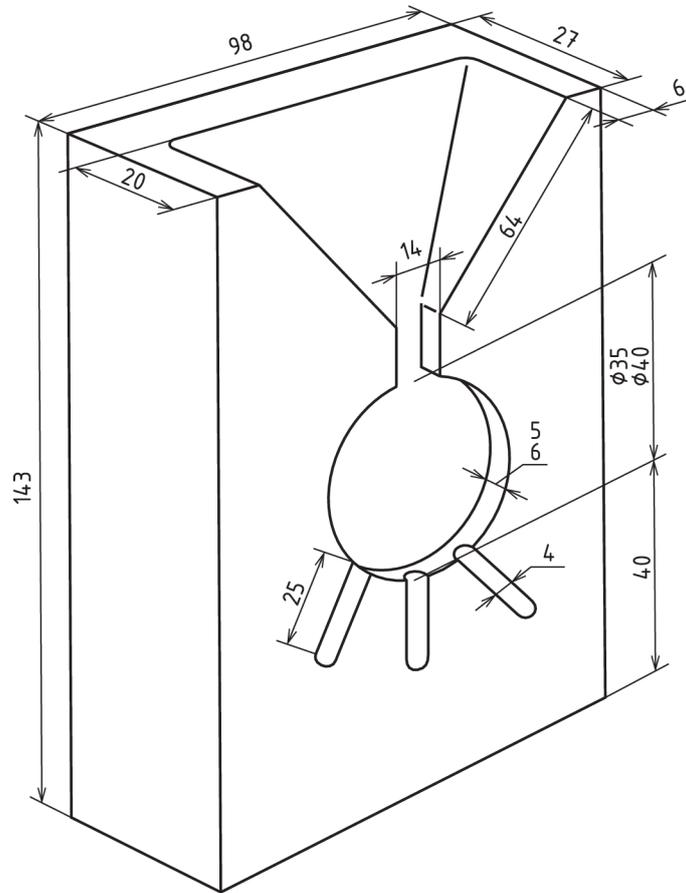
1 本以上のピンが付いているコインを、組み合わせ鑄型で得てもよい。ピンは、ディスクから切り離し、必要に応じて、熱的分析用の分析試料として使用している。鑄鉄製造用の溶銑の採取に用いる組み合わせ鑄型の一例を、**図 JB.1** に示す。

端が丸みを帯びた薄いスラブ状の試料を、鑄鉄製又は鋼製の割型を用いて採取してもよい。割型の二つの部分は、押湯の上部が傾斜しており、組み合わせた上で固定して使用する。この鑄型は、炭素含有率が高い

溶銑に使う場合が多い。

**注記 5** 試料の代表的な大きさは、70 mm×35 mm、厚さ 4 mm である。

単位 mm



**注記** 平面冷却板（図示していない。）は、全体として同じ寸法である。この鋳型は、通常、ブック鋳型という。

図 JB.1— 鑄鉄製造用の溶銑の採取に用いる縦形の組み合わせ鋳型の例

### JB.2.2 器具の保守・整備

試料採取用のスプーン及び鋳型は、清浄かつ乾燥した状態に保つことが重要である。使用後は、スラグ及び付着したのろ及び地金を取り除き、ワイヤブラシなどで鋳型の表面を手入れする。

鋳型の内面が荒れて凸凹になった場合は、これを再度手入れして、試料の表面調製に際して余計な機械加工を不要としている。

### JB.3 プロープによる試料採取

#### JB.3.1 一般事項

溶銑の試料採取に用いる種々のプロープは、**附属書 A** に示す。ディスク試料の白銑組織が、選択した物理的方法の要件を満足する厚さとなるプロープとする。

プロープによる試料採取は、プロープの溶湯への浸せき角度、深さなどの因子の影響を受け、浸せき時間は、溶銑の温度によって変わる場合がある。これらの因子は、分析用試料の品質を維持するために、製鉄法ごとに設定し厳格に管理することが望ましい。

### JB.3.2 採取方法

溶湯からの試料は、適切な浸せきプローブサンプラを、溶湯面に対して可能な限り垂直に近い角度で浸せきして採取する。

高炉の湯道からの試料採取は、プローブサンプラを浸せきするのに十分な溶湯深さがある位置を選ぶ。多くの試料採取用プローブは、深さ約 200 mm で足りる。

溶銑の流れからの試料採取は、とりべのノズルに可能な限り近い位置で、吸引プローブサンプラを、流れの表面に対して斜めに差し入れる。

**注記** 対応国際規格では、“約 45° の方向から差し入れる。”と規定している。

いずれの場合も、あらかじめ設定した時間が経過した後、プローブサンプラを溶湯から引き抜き、鑄型を砕いて試料を取り出し、空冷する。

### JB.4 分析用試料の調製

#### JB.4.1 前処理

溶湯から採取した試料は、以降の調製で分析用試料を汚染リスクの要因となる表面酸化物を除去する。

#### JB.4.2 化学的方法のための分析用試料

白銑 (white microstructure cast iron) の場合は、試料を砕いて小片とし、衝撃乳鉢又は振動ミルを用いて更に砕き、望ましくは約 150 μm 以下の粒径の分析用試料を、十分な量採取する。

ねずみ鑄鉄 (grey microstructure cast iron) の場合は、試料を JC.3.1 のように、低速でドリルせん孔して切粉を採取する。

#### JB.4.3 熱的方法のための分析用試料

ディスク状試料のピンを適切な質量の小片に砕いたもの、又はプローブ試料の突起部を分析試料とする。

酸素を定量する場合は、分析試料をディスク試料のバルク部から採取する。

あるいは、ピン又は突起部を衝撃乳鉢で砕き、粒径約 1 mm~2 mm の分析用試料を、十分な量採取する。

粗砕の際は、微粉末試料とならないように注意する。スラブ状の試料の場合は、試料を小片とし、同様な方法で砕く。

#### JB.4.4 物理的方法のための分析用試料

物理的方法の場合は、白銑化した試料を用いる。

ディスク試料の場合は、必要に応じて突起物又はピンを除去し、試料表面を研磨して、試料を代表するような、汚れ及び酸化物がない表面を得る。研磨して除去する量は、その鑄鉄の化学組成及び試料採取条件によって決める。除去する層の厚さは、通常、0.5 mm~1 mm である (A.6 参照)。

スラブ状の試料の場合は、スラブを二分割し、分析に適した大きさの試料とする。

試料は、表面が過熱しないように研磨して調製する。

薄い試料の表面を研磨する場合は、特に注意を払う。研磨中の試料を安全に保持可能なように、専用のつかみ部 (chuck) を用いる。

JIS DRAFT 2024/12/20

## 附属書 JC (参考)

### 型銑からの試料採取及び調製

#### JC.1 一般事項

この附属書は、型銑からの試料採取及び調製方法を示す。型銑は、通常、二つのすい（錐）台を合わせた（double trapeze）ような形状をしている [型銑の分類は、ISO 9147[2]参照]。

型銑の代表試料を採取する場合は、特別な注意が必要となる。

#### JC.2 インクリメントによる試料の採取

##### JC.2.1 インクリメントの数

インクリメント試料として採取する型銑の数は、試料がロット又はコンサインメントの代表となる数とする。販売するロット全体をコンサインメントとする場合で、受渡当事者間の協定がない場合、コンサインメントから採取する型銑の最少個数は、表 JC.1 による [ISO 9147[2]参照]。

表 JC.1—コンサインメントからインクリメント試料として採取する型銑の最少個数

コンサインメントの量 t	型銑の数 個
10 以下	9
10 超え 20 以下	11
20 超え 40 以下	12
40 超え 80 以下	14
80 超え 160 以下	16
160 超え 300 以下	18
300 超え 600 以下	21
600 超え	24

##### JC.2.2 採取方法

荷役作業又はコンサインメントの横持ちの際に、時間又は質量間隔がほぼ等しくなるように、インクリメント試料とする型銑を採取する。

コンサインメントを貨車又はトラックで搬送する場合は、試料採取の位置を一定の規則で選択する。例えば、採取箇所が 5 か所の場合は、貨車の中央及び二つの対角線の四隅から 1/6 の距離の場所で採取する。

型銑を山積みして保管している（以下、ストックパイルという。）場合は、いくつかの結び目を作ったロープをパイルの上に投げて、これらの結び目が触れた型銑を採取する。この操作を、インクリメント試料として十分な数の型銑を得るまで繰り返す。

ストックパイルの表面に満遍なく接近できない場合、又はストックパイルへの接近が危険な場合は、採取位置をストックパイルの表面から一定の規則で選択する。

機械式ショベルを用いて、無作為に選択したストックパイルの位置から多数のサブサンプルを採取する方法もある。その後、各々のサブサンプルから、無作為に一つの型銑を選ぶ。

### JC.2.3 混合した型銑のコンサインメント

コンサインメントに、供給源が異なる多数のロットからの銑鉄が含まれている場合がある。コンサインメント中の型銑が、形状及び大きさが異なり分別可能な場合は、区分ごとの型銑の比率を目視で判定する。

インクリメント試料は、コンサインメント中の各区分から採取し、コンサインメントの加重平均分析値を得るための個別のサブサンプルとする。

## JC.3 分析用試料の調製

### JC.3.1 一般事項

型銑をリフティングマグネット (magnetic grab) を用いて運搬したために、インクリメント試料に磁気が残留している場合は、ドリルで試料採取する前に、細かい粒子と粗い粒子とが分離しないように、脱磁コイルで脱磁する。

機械加工によって切粉を採取する場合は、新しく研ぎ直したドリル刃を用いて、低速 (100 rpm~150 rpm) でドリルを回転させ、速度及び送り量を調節しながら、大きさがそろった切粉を必要な量だけ採取する。切粉を採取する場合は、直径 12 mm~14 mm のドリルが適切である。ドリルは、頻繁に研ぎ直し、試料及びドリル刃の双方が過熱されないように注意する。

例えば、酸素を吹き込んだ鉄 (oxygen-blown iron) のように、タングステンカーバイド製の切粉用ドリルを使う調製が必要な場合がある。

切粉は、砕けて黒鉛が脱落しないように、可能な限り空隙がなく、ち密なものとする。炭素定量用の切粉の大きさは、1 mm~2 mm 程度が適切である。

ミーリングは、微粉の割合が高くなるため使用しない。

調製した試料は、金属及び黒鉛の分布が変わるリスクがあるため、溶剤による洗浄又は磁石による取り扱いを行なわない。

### JC.3.2 化学的方法のための分析用試料

インクリメント試料を調製する方法は、次による。

a) 次のいずれかによって、調製する。

- 1) **機械加工が可能な場合** 型銑の長さ方向及び幅方向の半分の位置を研磨して、直径 50 mm 以上の範囲で金属面を露出させる。型銑の断面方向にドリルで穴を開け、反対側の面から約 5 mm の位置でドリルを停止する。必要があれば、最初の穴と平行に更にもう一つ穴を開ける (図 JC.1 参照)。
- 2) **機械加工が不可能な場合** 型銑を長さ方向の半分の位置で壊す。破壊面から小片をはく離し約 5 mm に粗砕した後、振動ミルを用いて粒径 150 μm 以下に粉砕する。

b) それぞれの型銑から採取した試料を等量ずつ混合する。この混合物から、円すい四分法によって分析に十分な量の試料を得る。

あるいは、各型銑から採取した試料を別々に分析し、コンサインメントの平均値を得る。

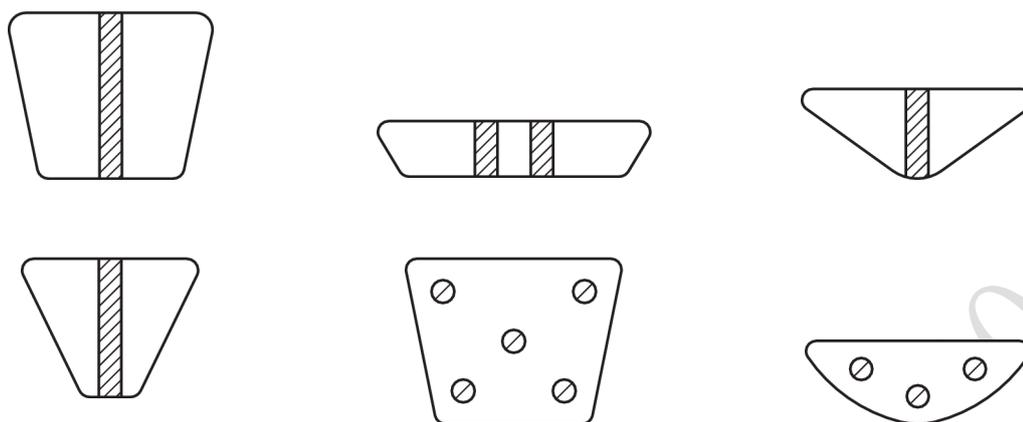


図 JC.1—型銑の試料採取位置

### JC.3.3 熱的方法のための分析用試料

インクリメント試料を調製する方法は、型銑の状態及び分析に必要な試料の種類によって、次のいずれかによる。

#### a) 切粉又は破片の形状をした試料の場合

- 1) 次のいずれかによって、インクリメント試料を調製する。
  - 1.1) **機械加工が可能な場合** 各型銑の相対する二つの面に、直径 12 mm～14 mm の穴を開ける。型銑の両面の穴の周りのスケール、不純物などを除去する。大きさが約 1 mm～2 mm の切粉が得られるように、最初の穴と同軸方向に、直径 20 mm～24 mm の別の穴を開ける。
  - 1.2) **機械加工が不可能な場合** JC.3.2 の a) 2) によって型銑から小片を採取し、衝撃乳鉢を用いて約 1 mm～2 mm の大きさに砕く。
- 2) 各型銑から採取した試料を等量ずつ混合する。この混合物から、円すい四分法によって分析用試料を得る。
 

あるいは、各型銑から採取した試料を別々に分析し、コンサインメントの平均値を得る。

#### b) ブロック状試料の場合

- 1) 型銑の長さ方向の半分の位置から、厚さ約 3 mm の薄片状の試料を全断面に渡って切り出し、端面を研磨して清浄にする。この薄片の、図 JC.1 に示す位置から小片を切り出し、分析に適した質量の分析試料を採取する。
 

あるいは、型銑の長さ方向の半分の位置を切断又は破壊する。図 JC.1 に示す位置にせん孔機 (trepanning tool) を用いて三か所又は五か所に穴を開け、直径約 3 mm のピンを得る。分析に適した質量の分析試料となるように、ピンを砕く。
- 2) 各型銑の平均値を得るために、代表となる数の分析試料を分析する。

### JC.3.4 物理的方法のための分析用試料

試料の小片を再溶解して、適切な形状とした試料を調製する (4.4.5 参照)。

#### 参考文献

- [1] JIG G 0416 鋼及び鋼製品—機械試験用供試材及び試験片の採取位置並びに調製
- [2] ISO 9147 Pig-iron—Definition and classification

**附属書 JD**  
(参考)  
**JIS と対応国際規格との対比表**

JIS G 0417		ISO 14284:2022 (MOD)		
a) JIS の箇条番号	b) 対応国際規格の対応する箇条番号	c) 箇条ごとの評価	d) JIS と対応国際規格との技術的差異の内容及び理由	e) JIS と対応国際規格との技術的差異に対する今後の対策
3	3	追加	JIS は、用語規格を引用している。 JIS は、国内製造技術基準に対応するため、独自用語として“スプラッシュ試料”、“銑鉄”及び“型銑”を追加している。	一部は、次回の ISO 規格改定に際して提案予定。
		変更	ISO 規格の“wrought product”に対応する用語として、JIS では、JIS G 0203 との整合性を考慮し、“鋼材 (steel product)”に変更している。	
		変更	ISO 規格の“batch sample”に対応する用語として、JIS では、JIS G 0416 との整合性を考慮し、“供試製品 (sample product)”に変更している。	
4	4	変更	ISO 規格は、“liquid iron and steel”としているが、JIS は、製品分析を考慮し“鉄及び鋼”に変更している。 JIS は、製品分析用試料の採取に関して、JIS G 0321 の規定に整合させている。	一部は、次回の ISO 規格改定に際して提案予定。
		変更	JIS は、規格利用車の利便性を考慮し、図 1 の b) を用語及び定義と整合するように変更している。	
4.1	4.1	変更	JIS は、規格利用車の利便性を考慮し、図 1 の b) を用語及び定義と整合するように変更している。	現状を維持する。
4.4.4.2	4.4.4.2	変更	ISO 規格は、表面調製に用いる研磨材を“グリッドサイズ 60 番から 120 番”と規定しているが、JIS は、国内の実態を反映するとともに、JIS R 6010 及び JIS R 6001 規格群の粒度で規定している。	現状を維持する。
5	5	変更	JIS G 0320 及び JIS G 0321 に使用していない規定のため、JIS では、操業管理上の参考の位置づけとして、附属書とする。	現状を維持する。
6	6	変更	JIS は、国内製造技術基準に対応するため、必要な記載を追加、また、分析試料の採取位置など不要な規定を削除している。 JIS は、作業上の規定を推奨事項として規定している。	現状を維持する。
		変更	JIS は、溶鋼の採取場所などの詳細な操業条件を規定しない。 JIS は、各種試料の大きさを参考情報として、注記に記載している。 JIS は、プローブ試料の冷却条件を、実操業を考慮し、一律に規定していない。	

7.5.3 10.6.3	7.5.2 10.6.3	追加	<b>JIS</b> は、酸素定量用の分析試料の調製方法に、 <b>ISO</b> 規格よりも詳細な手順を規定している <b>JIS G 1239</b> を引用して、追加している。	同上
8	8	変更	型銑に関する鋼材 <b>JIS</b> はないため、 <b>JIS</b> では参考の附属書とする。	現状を維持する。
9	9	変更	<b>JIS</b> は、作業上の規定を推奨事項として規定している。	現状を維持する。
10	10	変更	<b>JIS</b> は、製品分析用試料の採取に関して、 <b>JIS G 0321</b> の規定に整合させている。	現状を維持する。
附属書 JA (参考)	—	追加	<b>JIS</b> は、国内製造技術基準に対応するため、独自の参考規定を附属書に追加している。	現状を維持する。
附属書 JB (参考)	—	追加	<b>JIS</b> は、参考情報として、高炉溶銑の分析用試料の採取及び調製要領を、附属書に記載している。	現状を維持する。
附属書 JC (参考)	—	追加	<b>JIS</b> は、参考情報として、型銑の分析用試料の採取及び調製要領を、附属書に記載している。	現状を維持する。
<p><b>注記 1</b> 箇条ごとの評価欄の用語の意味を、次に示す。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>— 追加：対応国際規格にない規定項目又は規定内容を追加している。</li> <li>— 変更：対応国際規格の規定内容又は構成を変更している。</li> </ul> <p><b>注記 2</b> <b>JIS</b> と対応国際規格との対応の程度の全体評価の記号の意味を、次に示す。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>— MOD：対応国際規格を修正している。</li> </ul>				