

.....
委 員 会 報 告

UDC 669.15-194 : 543.4-1 : 65.011.2

低合金鋼の機器分析用日本鉄鋼標準試料の評価*

—標準化試料 A シリーズ—

岡 崎 和**・河 島 磯 志***

Estimation of the Japanese Standard Sample of Iron and Steel (JSS)
for Instrumental Analysis by Photoelectric Emission Spectrochemical
Analysis —Standardization Samples Series A—

Kazu OKAZAKI, and Isoshi KAWASHIMA

1. 結 言

標準化試料は機器分析において分析開始前に日常作業の検量線の妥当性を確かめるために使用する。日本工業規格の光電測光法による発光分光分析方法¹⁻³⁾には、装置の時間的変動によつて測定値にずれを生じたとき、検量線を作成しなおしてもよいが、通常、操作を簡略にするために1~2種類の標準化試料を用いて分析装置を調節し、その測定値のずれに対して修正を行なう。標準化試料は標準試料系列の中から適切なものを選んでよいが、均質で測定値の再現性のよいものであれば必ずしも標準試料でなくてもよい、と記述している。

標準化試料は測定値の再現性が良好でなければならないことは標準試料と同様であるが、正確な元素含有率を求めたり、測定時に他の共存元素の影響を懸念したりすることは必ずしも必要でない。すなわち、あらかじめ繰り返しの平均測定値を求め、日常作業の検量線により読み取り分析値を求め、標準化試料の“使用上の標準値”とする。また、発光分光分析では多数元素を同時に分析することが多く、検量線の妥当性の確認にはその定量範囲の上限・下限および中央の3個所を確める必要がある。したがつて、数個の試料で数元素の検量線を確認することが望ましい。このような条件を満足するためには、標準化試料の使用上の標準値は共存元素の影響を加算した値となるであろう。検量線の妥当性の確認の時期に、この標準値とそのときの分析値とがある許容差入で一致するならば正常と判定すればよいわけである。

日本鉄鋼協会標準試料委員会は昭和46年4月機器分析用日本鉄鋼標準試料中に標準化試料シリーズAの6種を加えて製造販売した。本発光分光分科会はその試料の販売前に同委員会から1組借り受け、その小委員会では使用者の立場から同試料を評価する実験を実施し、その結

果をまとめて分科会に報告⁴⁾し、共同実験を完了した。この実験に参加した分析所は真空形発光分光分析計の設置されている4個所であり、実験要領はさきに報告⁵⁾した方法に準じて実施した。

この報告は、その共同実験の経過とその結果をとりまとめた分科会提出資料に基づいて、まとめたものである。

2. 共同実験

この共同実験は小委員会では前回の実験要領⁶⁾を再検討し、詳細な打合せの上実施した。

2.1 実験試料

試料は標準試料委員会から借用した日本鉄鋼標準試料の機器分析標準化試料シリーズA (JSS 162-1~167-1)の6種を用いた。その各試料の元素含有率は Table 1 に示す。かつこで囲んだ数値は参考的な値であり、アルミニウムについてはこの共同実験で報告された各分析所の平均定量値を示し、その他の元素については新日本製鉄株式会社基礎研究所の発光分光分析値である。

2.2 実験方法

実験元素は標準値が添付された G・Si・Mn・P・S・Cu・Ni・Cr・Al・Mo・V・Ti・As・Sn・Nb・B・Co の17元素を対象とした。

測定条件は実作業に即応させるため、とくに指定せず各分析所の日常分析条件で実施することにした。Table 2 は各分析所で実施した分析条件、Table 3 はその使用分析線を示す。上述の条件では、日本工業規格の光電測光法による発光分光分析²⁾に規定された範囲からはずれるものはなかった。

* 昭和46年10月本会講演大会にて発表
昭和46年12月2日受付

** 共同研究会鉄鋼分析部会発光分光分析分科会主査

*** 新日本製鉄(株)基礎研究所

Table 1. Chemical composition of Standardization Samples Series A.
(Values in bracket are not certified)

JSS No.	C (%)	Si (%)	Mn (%)	P (%)	S (%)	Cu (%)	Ni (%)	Cr (%)	Al (%)
162-1	0.031	0.489	0.100	0.002	0.041	0.042	0.468	0.362	0.042
163-1	0.199	0.205	0.454	0.021	0.023	0.100	0.110	0.112	0.024
164-1	0.502	0.019	0.807	0.059	0.006	0.288	0.020	0.014	0.043
165-1	(0.001)	(0.001)	—	(0.001)	(0.001)	—	(0.023)	(0.028)	(0.018)
166-1	(0.001)	(0.001)	—	(0.001)	(0.001)	—	(0.013)	(0.018)	(0.005)
167-1	(0.001)	(0.001)	—	(0.001)	(0.001)	—	(0.012)	(0.018)	(0.005)
Range (%)	0.031	0.019	0.100	0.002	0.006	0.042	0.020	0.014	0.024
	0.502	0.489	0.807	0.059	0.041	0.288	0.468	0.362	0.043

JSS No.	Mo (%)	V (%)	Ti (%)	As (%)	Sn (%)	Nb (%)	B (%)	Co (%)	Fe (%)
162-1	(0.014)	(<0.002)	(<0.004)	—	(<0.005)	(<0.005)	(<0.0005)	(0.005)	98.4
163-1	(<0.01)	(<0.002)	(<0.004)	—	(<0.005)	(<0.005)	(<0.0005)	(0.005)	98.8
164-1	(<0.01)	(<0.002)	(<0.004)	—	(<0.005)	(<0.005)	(<0.0005)	(0.005)	98.2
165-1	0.013	0.306	0.015	0.096	0.114	0.200	0.0012	0.110	99.1
166-1	0.149	0.103	0.098	0.053	0.058	0.116	0.0057	0.061	99.4
167-1	0.311	0.012	0.296	0.010	0.013	0.012	0.0109	0.019	99.3
Range (%)	0.013	0.012	0.015	0.010	0.013	0.012	0.0012	0.019	98.2
	0.311	0.306	0.296	0.096	0.114	0.200	0.0109	0.110	99.4

Table 2. Analytical condition.

Laboratory mark	A	B	C	D
Discharge voltage (kV)	1~0.96			
Capacitance (μ F)	10	10	10	8
Inductance (μ H)	50			
Secondary resistance (Ω)	5	5	3	3
Shape of Ag counter electrode	120°	90°	90°	90°
Analytical gap (mm)	6	3.7	6	6
Initial Ar gas flush (1/min)	15	10	10	15
Preburn period (sec)	20	20	40	20
Integration period (sec)	16~20	15~19	20~25	17~23
Alumina abrasive belt No.	36	60	40	80

Note 1) Spectrometer : Shimadzu Co. GV-200 type Vacuum Quantorecorder.

- 2) Excitation source : D. C. low-voltage spark (D. C. LVS) source.
 3) Preparation of sample : The surface of the sample for the determination of aluminum is finished on a dry silicon carbide abrasive belt of 80 grit.

2.3 測定および定量

測定は試料の同一分析面を連続2回発光し、独立2回の計4個の測定値を求めた。各測定値は記録紙上で0.5目盛以下まで読み取り、発光の異常またはその他の異常

Table 3. Analytical line.

(The value in bracket is laboratory number.)

Element	Wave length (Å)	Element	Wave length (Å)
Carbon	1930.9 (4)	Chromium	2862.5 (1)
Silicon	2516.1 (4)		2989.1 (1)
Manganese	2933.1 (4)	Aluminium	3082.2 (3)
Phosphorus	1774.9 (4)	Molybdenum	2775.4 (4)
Sulfur	1807.3 (4)	Titanium	3242.0 (4)
Copper	3274.0 (4)	Vandium	3110.7 (3)
Nickel	2253.9 (2)	Niobium	3195.0 (4)
	2316.0 (2)	Tin	1899.8 (3)
Chromium	2677.2 (1)	Arsenic	1972.2 (2)
	2766.5 (1)	Boron	2067.2 (1)

が明らかに認められた場合のデータは除外した。

定量は各分析所の日常作業の検量線(現行検量線)と当分科会でJSS試料から選んだ試料による検量線(選定検量線)による2方法で行なった。JSS試料の元素含有率をTable 4に示す。

3. 実験結果とその検討

4分析所から報告された実験結果を基として、再現精度および正確さについてまとめた。標準化試料の再現精度はきわめて良好でなければならない。しかし、正確さについては、さきに述べたようにそれほど重要なものではない。しかし、日本鉄鋼標準試料の機器分析用として、微量元素分析用標準試料はこの標準化試料シリーズAを除いてほかにない。このような目的に使用する場合の参考として、正確さをまとめた。

Table 4. Selected calibration standards of JSS for low alloy steel analysis.

Element	JSS No.	Concentration (%)	Iron content (%)
Carbon	512-1	0.024	99.2
	515-1	0.18	96.2
	503-1	0.33	96.7
	605-1	0.55	95.1
	601-1	1.03	95.6
Silicon	151-1	0.038	94.7
	515-1	0.24	96.2
	150-1	0.36	94.2
	154-1	0.57	94.4
	604-1	1.00	90.7
Manganese	150-1	0.20	94.2
	500-1	0.49	97.3
	501-1	0.74	97.2
	605-1	0.87	95.1
	517-1	1.07	93.3
Phosphorus	512-1	0.011	99.2
	510-1	0.014	97.2
	507-1	0.020	97.4
	510-1	0.024	97.2
	503-1	0.029	96.7
Sulfur	601-1	0.004	95.6
	512-1	0.011	99.2
	152-1	0.017	95.1
	150-1	0.023	94.2
	155-1	0.033	94.7
Copper	501-1	0.10	97.2
	506-1	0.17	97.4
	602-1	0.19	94.1
	155-1	0.30	94.7
	152-1	0.41	95.1
Nickel	512-1	0.031	99.2
	506-1	0.081	97.4
	154-1	0.51	94.4
	153-1	1.06	94.9
	503-1	1.81	96.7
	508-1	3.20	94.7
	150-1	4.14	94.2
Chromium	512-1	0.036	99.2
	151-1	0.11	94.7
	515-1	0.36	96.2
	506-1	0.90	97.4
	154-1	1.95	94.4
	155-1	3.00	94.7
Molybdenum	512-1	0.007	99.2
	602-1	0.082	94.1
	505-1	0.22	96.2
	605-1	0.42	95.1
	509-1	0.54	92.9
Vanadium	513-1	0.005	97.4
	601-1	0.016	95.6
	151-1	0.057	94.7
	605-1	0.17	95.1
	604-1	0.33	90.7
Titanium	505-1	0.003	96.2
	500-1	0.007	97.3

Tungsten	605-1	0.012	95.1
	604-1	0.14	90.7
	601-1	1.22	95.6
	602-1	3.28	94.1
	600-1	4.17	92.5

3.1 再現精度

(1) 標準化試料と NBS 試料との再現精度の比較

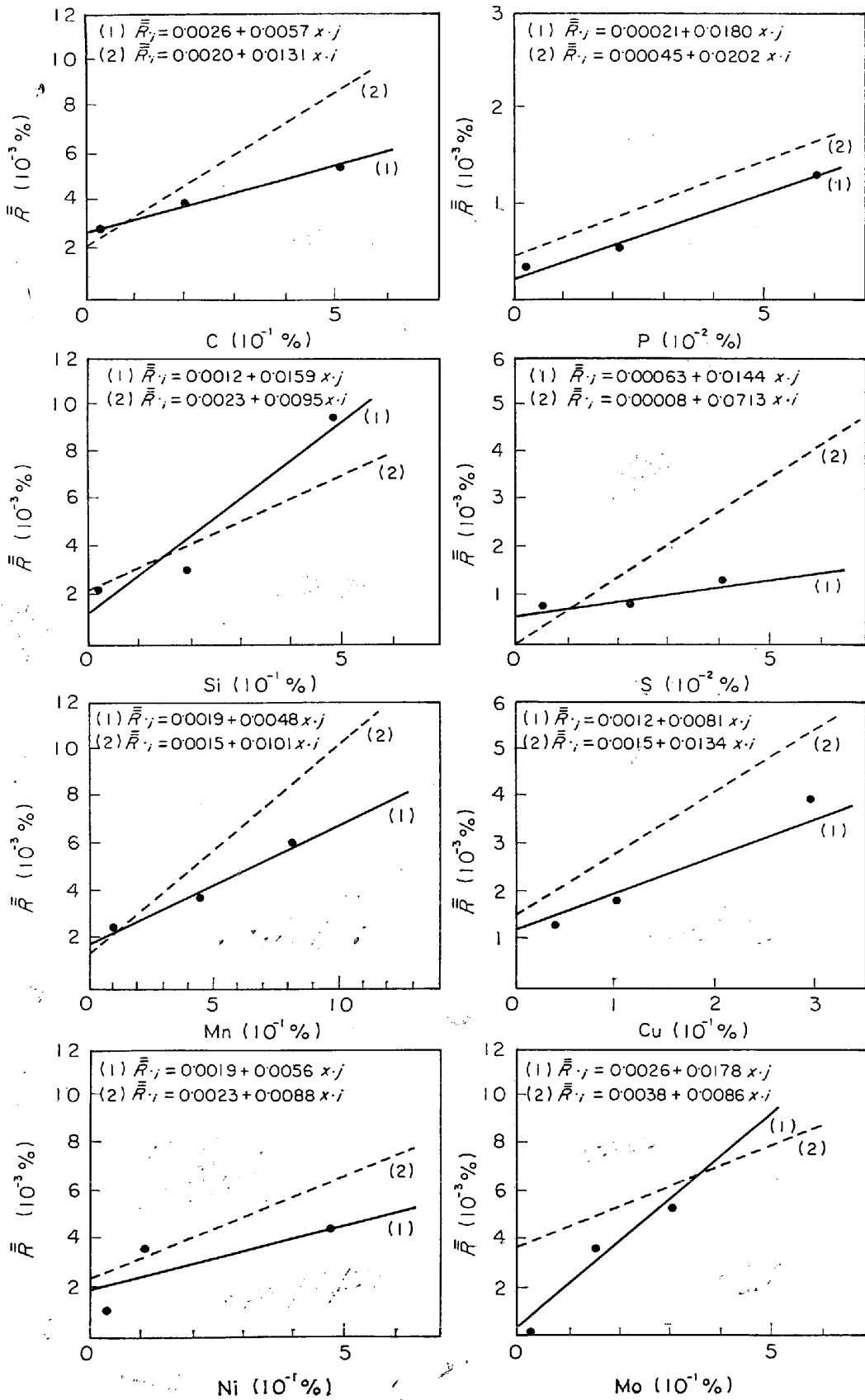
Table 5 において \bar{R}_j は試料ごと、元素ごとの分析所数 l に対する JSS の標準化試料の平均の R 値を示す。すなわち、連続 2 回の定量値の差の絶対値を試料ごとに 2 個求め、その平均値を \bar{R}_j (l : 分析所番号, j : JSS 試料番号) とし、さらにこれを全分析所について平均したものを \bar{R}_j とした。 \bar{R}_j は元素含有率に比例して増大するものと仮定し、 \bar{R}_j とそれに対応する標準値 x_j との関係を一変式で求めた。それを Fig. 1 の各図の (1) の直線で示した。この図の (2) の曲線は前報⁵⁾で報告した \bar{R}_j の式を示す。 \bar{R}_j は米国 National Bureau of Standard (NBS) の低合金鋼用鉄鋼標準試料 No 1161 ~ 1168 によつて、上記 R_j の式と同様の方法で求めたものである。Fig. 1 中では As · Sn · Nb の 3 元素については前報で \bar{R}_j が求められてなかつたため、 \bar{R}_j のみ示した。

Fig. 1 の (1) と (2) との直線を比較すると、この標準化試料シリーズ A は NBS 1160 番シリーズよりも再現精度がきわめて良好であることがわかる。しかし、標準化試料の各プロット点を見ると、NBS の \bar{R}_j の直線を越えるところにプロットされる試料が見い出される。たとえば JSS 162-1 の C および Si, JSS 163-1 の Ni, JSS 164-1 の Si および S などである。これらを総合すると、この標準化試料は NBS の 1160 番シリーズの試料にくらべてきわめて良好であるが、Si についてはやや不良といえる。

(2) 試料両面の再現精度の比較 Table 6 は標準化試料の両面を 2 回連続発光し、2 回繰り返し測定した各測定値を現行検量線を用いて元素含有率に換算した結果をまとめたものである。これらの値の平均値を比較すると、第 1 回と第 2 回との差はないと言えよう。この実験は新日本製鉄株式会社堺製鉄所で行なつたものである。この実験は市販される標準試料鋼塊の各切断個所の偏析調査を共同実験試料で求めるため行なつたもので、切断面間隔 30 mm 間では偏析が認められなかつたことを示す。

3.2 正確さ

この標準化試料の標準値は標準試料委員会で数分析所の平均化学分析値を求めて示したものである。したがつて、この標準化試料は他の機器分析用標準試料同様に使用できる。しかし、検量線作成用として使用する場合は妨害元素の影響を検討し、妥当性を確かめて使用しなければならない。Table 5 は発光分光分析値と添付された



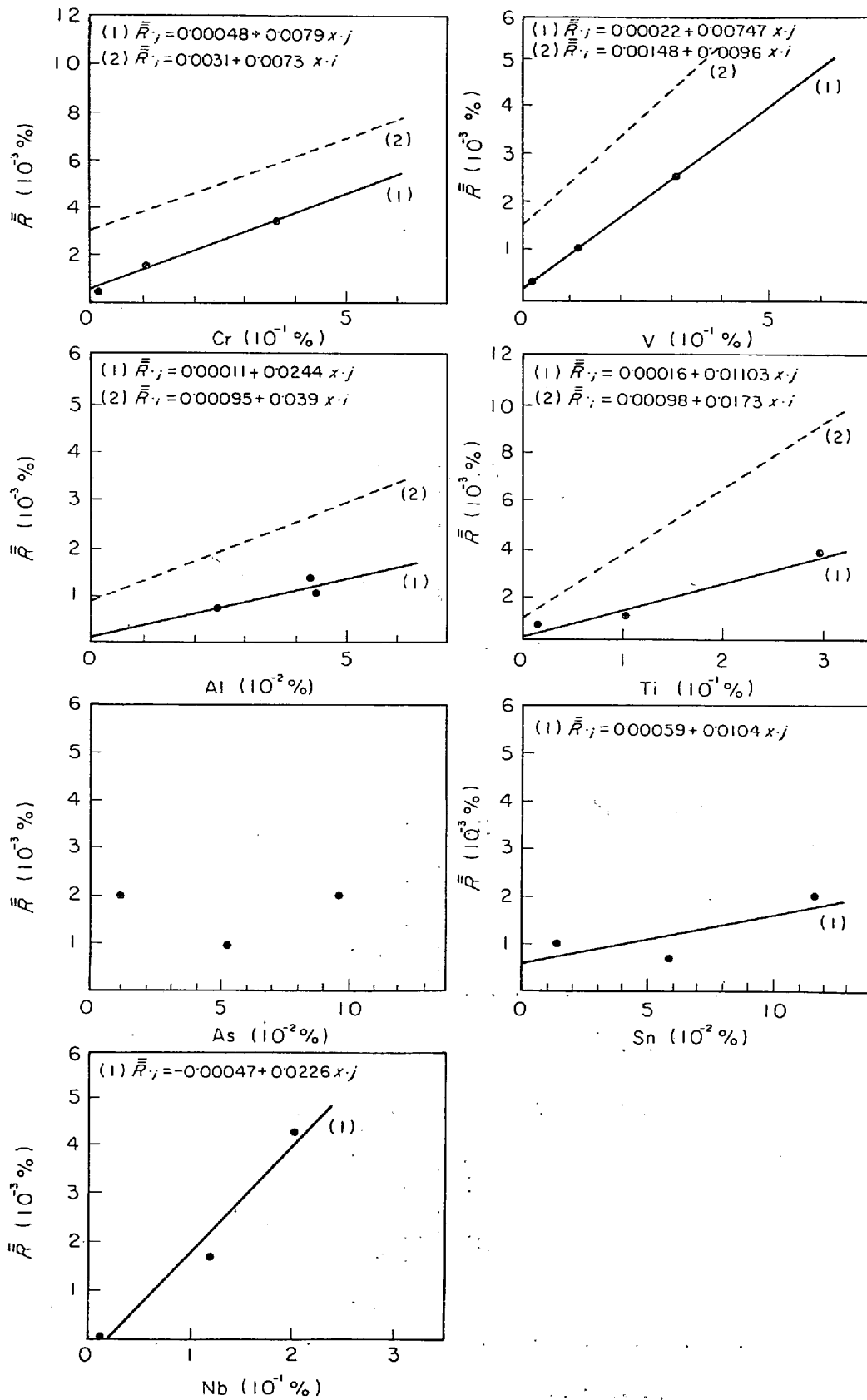


Fig. 1. Repeatability (\bar{R}) curve (1) plotted by standardization samples. (reference curve (2) : by NBS standards).

Table 5. Analytical results.

Element	JSS No.	Chem. (%)	Method 1* (%)		Method 2** (%)		Repeatability [$\overline{R \cdot j}$] ($10^{-3}\%$)	Number of laboratories (l)
			\overline{d}_1	σ_{d1}	\overline{d}_2	σ_{d2}		
C	162-1	0.031	-0.002	0.008	-0.015	0.016	2.8	4
	163-1	0.199	0.002	0.028	0.005	0.027	3.8	4
	164-1	0.502	-0.003	0.020	-0.008	0.016	5.5	4
Si	164-1	0.019	-0.003	0.007	-0.001	0.002	2.3	4
	163-1	0.205	-0.011	0.014	-0.021	0.022	3.0	4
	162-1	0.489	-0.012	0.026	-0.042	0.043	9.5	4
Mn	162-1	0.100	0.013	0.012	-0.017	0.021	2.3	4
	163-1	0.454	0.027	0.025	0.017	0.019	3.8	4
	164-1	0.807	0.010	0.027	-0.006	0.016	6.0	4
P	162-1	0.002	0	0.001	0.002	0.002	0.3	3
	163-1	0.021	0	0.002	0	0.001	0.5	4
	164-1	0.059	0	0.003	-0.001	0.002	1.3	4
S	164-1	0.006	0.001	0.002	0	0.001	0.8	4
	163-1	0.023	-0.002	0.001	-0.002	0.003	0.8	4
	162-1	0.044	-0.005	0.002	-0.008	0.010	1.3	4
Cu	162-1	0.042	0.002	0.004	0.002	0.005	1.3	4
	163-1	0.100	0.001	0.006	-0.002	0.004	1.8	4
	164-1	0.288	0.010	0.013	-0.021	0.024	4.0	4
Ni	164-1	0.020	-0.003	0.008	-0.001	0.014	1.0	4
	163-1	0.100	0.007	0.004	0.006	0.010	3.7	4
	162-1	0.468	0.003	0.015	-0.016	0.027	4.3	4
Cr	164-1	0.014	-0.001	0.002	0.006	0.006	0.5	4
	163-1	0.112	-0.009	0.010	-0.023	0.014	1.5	4
	162-1	0.363	0	0.013	-0.017	0.016	3.3	4
Al	163-1	0.024	-0.005	0.006	—	—	0.7	3
	162-1	0.042	-0.001	0.005	—	—	1.3	3
	164-1	0.043	-0.006	0.007	—	—	1.0	3
Mo	165-1	0.013	-0.002	0.005	-0.006	0.007	0	2
	166-1	0.149	-0.010	0.012	-0.018	0.018	3.7	4
	167-1	0.311	-0.010	0.015	-0.042	0.033	5.5	4
V	167-1	0.012	0.003	0.003	0.002	0.002	0.3	3
	166-1	0.103	-0.015	0.015	-0.007	0.008	1.0	2
	165-1	0.306	-0.043	0.051	-0.039	0.005	2.5	2
Ti	165-1	0.015	-0.005	0.006	-0.003	0.005	0.5	4
	166-1	0.098	-0.001	0.028	0.018	0.037	1.0	4
	167-1	0.296	-0.004	0.010	—	—	3.5	2
As	167-1	0.010	0.006	0.006	—	—	2.0	2
	166-1	0.053	-0.006	0.007	—	—	1.0	2
	165-1	0.096	-0.020	0.020	—	—	2.0	2
Sn	167-1	0.013	-0.003	0.003	—	—	1.0	3
	166-1	0.058	-0.010	0.008	—	—	0.7	3
	165-1	0.114	-0.030	0.030	—	—	2.0	2
Nb	167-1	0.012	0.005	0.005	—	—	0	4
	166-1	0.116	-0.016	0.016	—	—	1.7	3
	165-1	0.200	-0.020	0.022	—	—	4.3	3
B	165-1	0.0012	0.0008	—	—	—	0	1
	166-1	0.0057	-0.0007	—	—	—	0	1
	167-1	0.0109	—	—	—	—	—	—

* Method 1 : Using the daily calibration curves.

** Method 2 : Using the calibration curves by the selected calibration standards of JSS.

Table 6. Comparison of the analytical results on both sides of standardization samples.

Element	JSS No.	Percent result			
		1 st area		2 nd area	
C	162-1	0.038, 0.042	av.	0.042, 0.042	av.
		0.042, 0.045	0.042	0.042, 0.042	0.042
	163-1	0.208, 0.214		0.208, 0.208	
		0.218, 0.208	0.212	0.208, 0.214	0.210
164-1	0.515, 0.505		0.505, 0.515		
	0.505, 0.505	0.508	0.515, 0.505	0.510	
Si	162-1	0.515, 0.515		0.515, 0.515	
		0.507, 0.530	0.517	0.515, 0.507	0.511
	163-1	0.191, 0.195		0.195, 0.195	
		0.200, 0.195	0.195	0.195, 0.195	0.195
164-1	0.025, 0.025		0.025, 0.025		
	0.025, 0.025	0.025	0.025, 0.025	0.025	
Mn	162-1	0.110, 0.110		0.110, 0.115	
		0.110, 0.115	0.111	0.110, 0.110	0.111
	163-1	0.490, 0.495		0.495, 0.500	
		0.510, 0.495	0.498	0.500, 0.500	0.499
164-1	0.815, 0.815		0.805, 0.810		
	0.815, 0.820	0.816	0.820, 0.815	0.813	
P	162-1				
	163-1	0.020, 0.020		0.020, 0.020	
		0.020, 0.020	0.020	0.020, 0.020	0.020
164-1	0.054, 0.052		0.054, 0.055		
	0.054, 0.052	0.053	0.054, 0.055	0.055	
S	162-1	0.033, 0.035		0.035, 0.035	
		0.034, 0.037	0.035	0.034, 0.034	0.035
	163-1	0.018, 0.018		0.018, 0.018	
		0.019, 0.018	0.018	0.019, 0.019	0.019
164-1	0.010, 0.009		0.010, 0.010		
	0.009, 0.010	0.010	0.010, 0.010	0.010	
Cu	162-1	0.048, 0.048		0.048, 0.048	
		0.048, 0.048	0.048	0.048, 0.047	0.048
	163-1	0.107, 0.108		0.108, 0.108	
		0.110, 0.108	0.108	0.108, 0.110	0.109
164-1	0.290, 0.293		0.290, 0.295		
	0.290, 0.300	0.293	0.295, 0.290	0.294	
Ni	162-1	0.480, 0.485		0.485, 0.485	
		0.480, 0.480	0.481	0.480, 0.480	0.483
	163-1	0.108, 0.108		0.108, 0.113	
		0.113, 0.108	0.109	0.113, 0.113	0.112
164-1	0.015, 0.015		0.015, 0.015		
	0.015, 0.015	0.015	0.015, 0.015	0.015	
Cr	162-1	0.385, 0.382		0.385, 0.385	
		0.382, 0.382	0.383	0.382, 0.378	0.381
	163-1	0.107, 0.107		0.107, 0.105	
		0.107, 0.107	0.107	0.107, 0.107	0.107
164-1	0.013, 0.013		0.013, 0.013		
	0.013, 0.013	0.013	0.013, 0.013	0.013	
Al	162-1	0.050, 0.047		0.047, 0.047	
		0.047, 0.047	0.048	0.047, 0.047	0.047
	163-1	0.023, 0.021		0.023, 0.021	
		0.025, 0.025	0.024	0.023, 0.023	0.023
	164-1	0.031, 0.041		0.041, 0.041	
0.041, 0.041		0.040	0.041, 0.039	0.041	
165-1	0.018, 0.018		0.018, 0.018		
		0.018	0.018, 0.021	0.019	

	166-1	0.003, 0.000		0.005, 0.005	
	167-1	0.003, 0.005	0.003	0.000, 0.003	0.003
		0.005, 0.005		0.014, 0.009	
		0.005, 0.018	0.008	0.003, 0.012	0.010
Mo	165-1	0.006, 0.006		0.006, 0.006	
		0.005, 0.006	0.006	0.006, 0.006	0.006
	166-1	0.148, 0.150		0.150, 0.152	
	167-1	0.152, 0.147	0.149	0.152, 0.148	0.151
		0.285, 0.287		0.294, 0.292	
		0.290, 0.294	0.289	0.294, 0.299	0.294
Ti	165-1	0.006, 0.006		0.006, 0.006	
		0.006, 0.006	0.006	0.006, 0.006	0.006
	166-1	0.088, 0.088		0.088, 0.088	
		0.088, 0.090	0.089	0.090, 0.090	0.089
		0.283, 0.286		0.283, 0.283	
		0.281, 0.283	0.283	0.281, 0.279	0.284
V	165-1	0.240, 0.242		0.236, 0.238	
		0.240, 0.240	0.241	0.238, 0.240	0.238
	166-1	0.090, 0.090		0.090, 0.091	
		0.090, 0.090	0.090	0.091, 0.091	0.091
		0.015, 0.015		0.015, 0.016	
		0.015, 0.015	0.015	0.015, 0.016	0.016
Nb	165-1	0.174, 0.178		0.167, 0.173	
		0.176, 0.174	0.176	0.170, 0.175	0.171
	166-1	0.104, 0.103		0.104, 0.104	
		0.103, 0.104	0.104	0.106, 0.104	0.105
		0.016, 0.016		0.016, 0.016	
		0.016, 0.016	0.016	0.016, 0.016	0.016
Sn	165-1	0.085, 0.086		0.080, 0.083	
		0.084, 0.082	0.084	0.083, 0.082	0.082
	166-1	0.048, 0.045		0.046, 0.046	
		0.047, 0.046	0.047	0.048, 0.047	0.047
		0.010, 0.009		0.010, 0.011	
		0.008, 0.011	0.010	0.009, 0.011	0.010
As	165-1	0.071, 0.073		0.078, 0.082	
		0.084, 0.082	0.078	0.083, 0.087	0.083
	166-1	0.050, 0.046		0.046, 0.046	
		0.049, 0.049	0.047	0.049, 0.049	0.048
		0.016, 0.014		0.014, 0.017	
		0.016, 0.017	0.016	0.014, 0.017	0.016

標準値の関係を示す。

この表で Method 1 は 4 分析所の測定値を現行検量線法で求めた結果, Method 2 は選定検量線法で求めたものである。 \bar{x} は平均分析値から標値準を差し引いた値, σ_a は各分析値と標準値との差の標準偏差を示す。これらの 2 方法で求めた結果はきわめて良好である。したがって, この実験に使用した分析線, 励起条件では一応, この標準化試料は検量線作成用試料として使用できる。

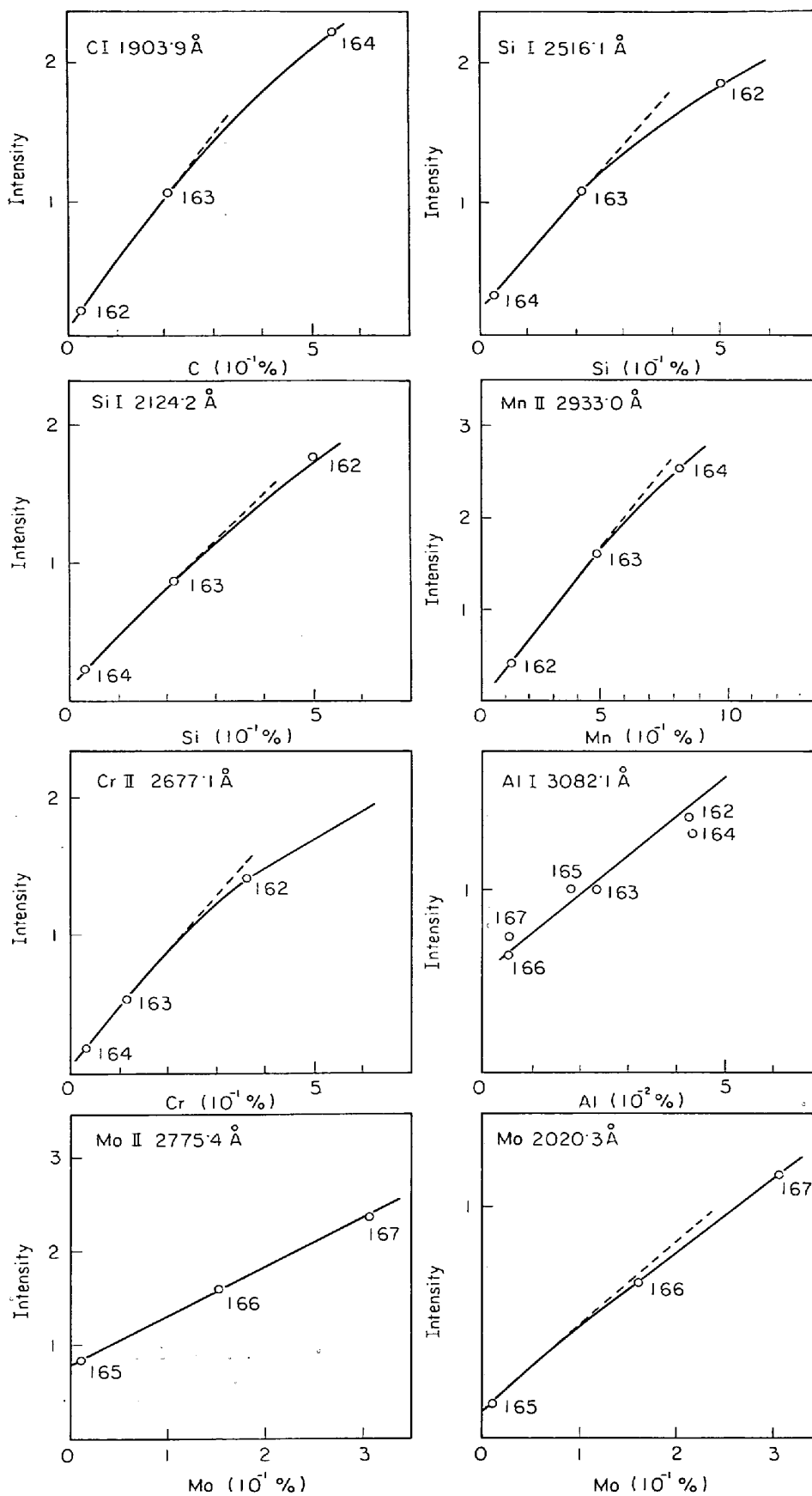
Fig. 2 は日常分析の検量線上に標準化試料をプロットしたもので, 試料の分布状態を示す。この図に示すように現行検量線は一般に二次曲線となる。しかし, 検量線の低濃度部分に直線として作図してもよい部分があり, この直線域の両端にある標準化試料は, 検量線の再作成時にきわめて便利に利用できる。直線と曲線との境目を

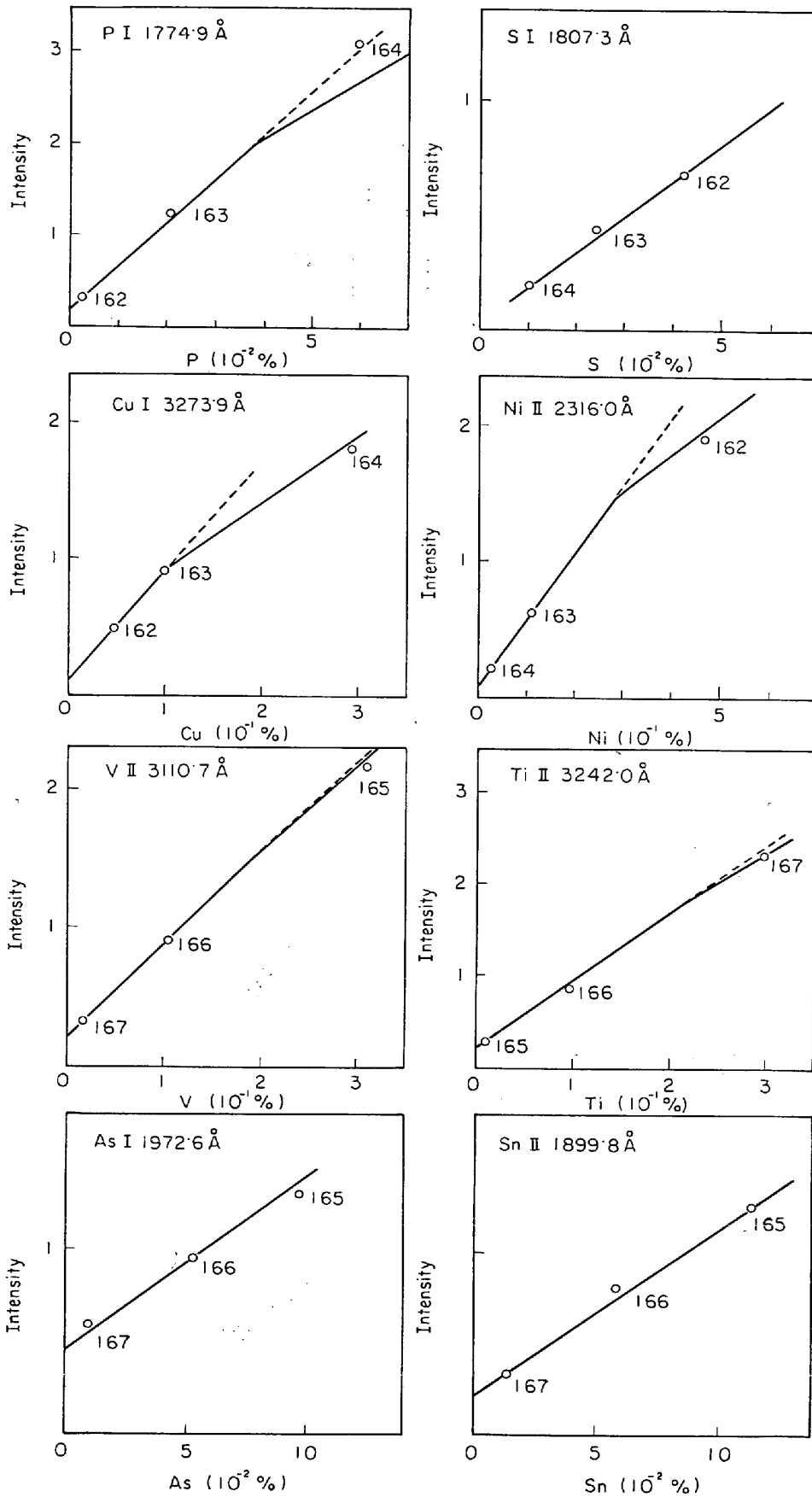
直線部の延長として破線で示した。

この図で, プロット点が検量線からはずれたものには P・S・Al がある。P は Cu 1774.96 Å, S は MnII 1807.500 Å, Al は Mo 3082.200 Å および VI 3082.111 Å, VI 3082.012 Å などの近接線の影響が考えられる。この実験は新日本製鉄株式会社基礎研究所の真空形発光分光分析計で行なったものである。

4. 標準化試料と現行検量線との関係

現行検量線に対する標準化試料のプロット点の關係は定量範囲の上限, 下限および中央に位置し, 検量線の直線域があるならばその部分の両端にあることが望ましい。しかし, 一般に検量線は曲線となるため, 検量線の妥当性確認の場合には標準化試料を数回測定し, その平均測定値を検量線上で読み取り, その値を使用上の標準





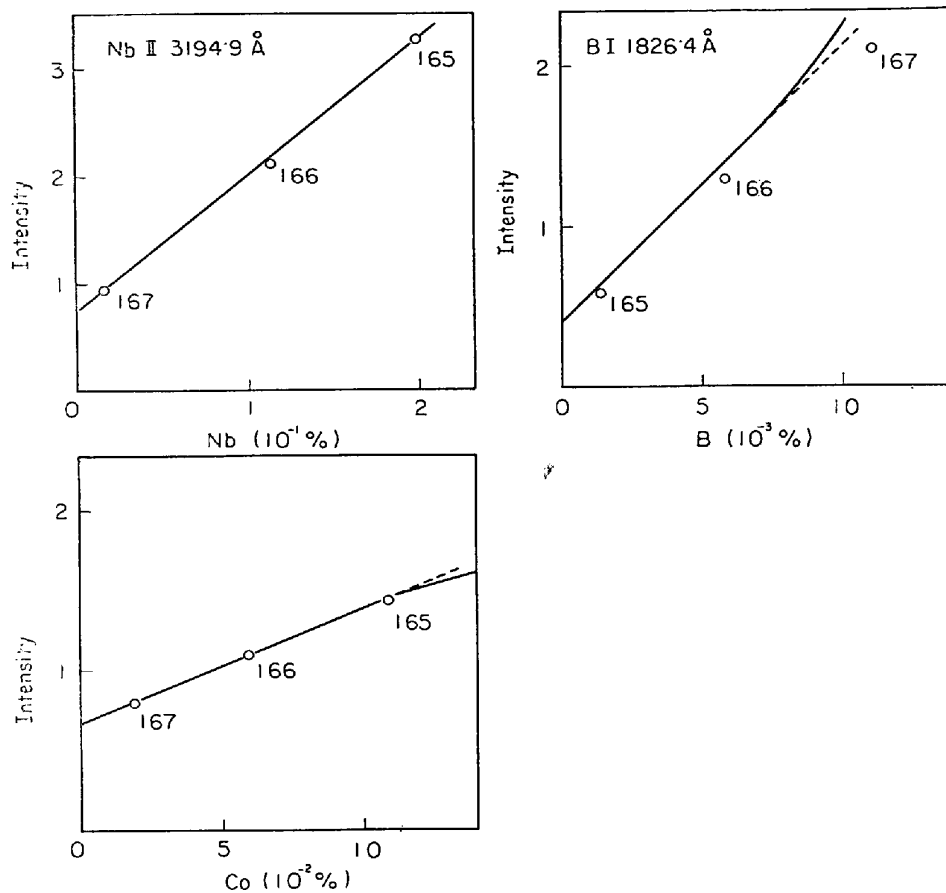


Fig. 2. Plotting of standardization samples on the daily calibration curve.

値との差が分析所で規定した許容差内にあれば妥当と判定すればよい。工程管理分析ではこのような方法に用いる試料を俗に照合試料（あわせ試料）と呼ぶことがある⁹⁾。このような試料は分析試料から選んで使用していたが、本共同実験で良好と確認した標準化試料を使用すれば安心して使用できるであろう。

5. 標準化試料に対する本分科会の要望

本分科会はこの共同実験結果として、標準試料委員会に対して、試料を再製作時につぎのようにしてもらうことを希望している。Mn について、含有範囲 0.100~0.807% に対して上限を 1.30% にし、中央値を 0.454% から 0.70% に変えて欲しい。また、Al では添付された標準値の範囲 0.024~0.043% に対し、微量分析用のものが欲しい。しかし、この共同実験結果では JSS 165-1~167-1 の試料中に 0.005~0.018% の Al があることが明確となり、それを使用できることがわかった。

6. おわりに

日本鉄鋼標準試料の標準化試料シリーズ A を用いて、

共同実験を行なった。その結果、この標準化試料の再現精度は米国 NBS No 1161~1168 の鉄鋼標準試料よりも良好であつた。また、標準値については低合金鋼の標準試料として使用でき、とくに微量元素分析用試料として実用性があることがわかつた。

最後に、この実験に参加した分析所は、つぎの 4 個所で、そのお骨折に対して深く感謝いたします。

新日本製鉄株式会社	堺製鉄所
日本鋼管株式会社	京浜製鉄所
川崎製鉄株式会社	千葉製鉄所
日本冶金工業株式会社	川崎製造所

文 献

- 1) JIS G 1203 (1970)
- 2) JIS G 1253 (1970)
- 3) JIS Z 2611 (1971)
- 4) 発光分光分析分科会小委員会: 鉄共研 発光 228 (1970年10月)
- 5) 発光分光分析分科会: 鉄と鋼, 投稿中
- 6) 新日本製鉄 基礎研: 鉄共研, 発光, 237 (1970年10月)