

まえがき

この規格は、工業標準化法第 14 条によって準用する第 12 条第 1 項の規定に基づき、社団法人日本鉄鋼連盟 (JISF) から、工業標準原案を具して日本工業規格を改正すべきとの申出があり、日本工業標準調査会の審議を経て、経済産業大臣が改正した日本工業規格である。これによって、**JIS G 1253 : 1995** は改正され、この規格に置き換えられる。

JIS G 1253 には、次に示す附属書がある。

附属書 (規定) スパーク放電発光分光分析装置

www.docin.com

目次

	ページ
1. 適用範囲	1
2. 引用規格	2
3. 定義	2
4. 一般事項	2
5. 要旨	2
6. 装置及び分析条件	2
7. 検量線作成用標準物質、検量線校正用試料及び分析試料	6
8. 分析試料の調製	6
9. 操作	7
10. 検量線の作成	7
11. 検量線の検定	9
12. 検量線の校正	10
13. 計算	12
附属書（規定） スパーク放電発光分光分析装置	14

www.docin.com

鉄及び鋼—スパーク放電発光分光分析方法

Iron and steel—Method for spark discharge atomic emission
spectrometric analysis

1. 適用範囲 この規格は、鉄及び鋼のスパーク放電による発光分光分析方法について規定し、表1に示した各成分の定量に適用する。ただし、窒素の定量は、鋼だけに適用する。

備考 この規格における鉄とは銑鉄、鑄鉄などを、鋼とは炭素鋼、低合金鋼、高合金鋼などをいう。

表1 適用する成分及び定量範囲

成分	定量範囲 % (m/m)			
炭素	0.001	以上	5.5	以下
けい素	0.002	以上	6	以下
マンガン	0.003	以上	30	以下
りん	0.000 5	以上	1.0	以下
硫黄	0.000 2	以上	0.5	以下
ニッケル	0.002	以上	40	以下
クロム	0.002	以上	40	以下
モリブデン	0.001	以上	10	以下
銅	0.001	以上	6	以下
タングステン	0.01	以上	25	以下
バナジウム	0.001	以上	6	以下
コバルト	0.001	以上	20	以下
チタン	0.000 5	以上	3	以下
アルミニウム	0.001	以上	5	以下
ひ素	0.001	以上	0.3	以下
すず	0.000 6	以上	0.3	以下
ほう素	0.000 05	以上	0.5	以下
窒素	0.001	以上	0.15	以下
鉛	0.001	以上	0.5	以下
ジルコニウム	0.001	以上	1	以下
ニオブ	0.001	以上	2	以下
マグネシウム	0.001	以上	0.2	以下
カルシウム	0.000 1	以上	0.01	以下
タンタル	0.02	以上	0.2	以下
アンチモン	0.008	以上	0.5	以下
セレン	0.003	以上	0.1	以下
テルル	0.003	以上	0.1	以下
ランタン	0.002	以上	0.05	以下
セリウム	0.005	以上	0.05	以下

2. 引用規格 次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の一部を構成する。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 0417 鉄及び鋼—化学成分定量用試料の採取及び調製

JIS G 1201 鉄及び鋼—分析方法通則

JIS K 0116 発光分光分析通則

JIS K 0211 分析化学用語（基礎部門）

JIS K 0212 分析化学用語（光学部門）

JIS K 0215 分析化学用語（分析機器部門）

JIS R 6001 研削といし用研磨材の粒度

3. 定義 この規格で用いる主な用語の定義は、**JIS K 0116**、**JIS K 0211**、**JIS K 0212** 及び **JIS K 0215** によるほか、次による。

- a) **発光強度測定値** 発光強度法の場合は、発光分光分析法で求めた定量成分の発光強度。強度比法の場合は、定量成分の発光強度と内標準元素（一般に鉄）の発光強度との比。
- b) **定時間積分法** 発光強度測定において、発光したスペクトル線強度を一定時間積分した後、デジタル信号値に変換して定量する方法。
- c) **パルス分布測定法（PDA 法）** 発光強度測定において、1 パルスごとの発光強度をデジタル信号値に変換し、測定した全パルスの信号値を統計処理した数値（平均値、中央値など）を用いて定量する方法。
- d) **や（冶）金的履歴** 分析試料の化学組成が同一であっても、金属組織や析出物・介在物の形態によって、発光強度測定値に影響を及ぼすような、溶湯試料の凝固速度、熱処理・圧延・鍛造などにおける加熱温度などの履歴。

4. 一般事項 分析に必要な一般事項は、**JIS G 1201** 及び **JIS K 0116** による。

5. 要旨 試料を切断又は切削した後、研削又は研磨して平面状に仕上げ、発光分光分析装置の試料支持台に取り付けて電極とし、対電極として銀又はタングステンをを用いてスパークを発生させ、スペクトル線を分光器によって分光し、定量成分のスペクトル線強度を測定する。

6. 装置及び分析条件

6.1 発光分光分析装置 発光分光分析装置は、**附属書（規定）** の **1.2** によるほか、次による。

- a) **対電極** 径 1～7mm の銀棒又はタングステン棒の先端を、20～120° の円すい（錐）状又は径 1mm の平面をもたせた円すい台状に電極成形機で成形して用いる。
- b) **アルゴン** 酸素、炭化水素、窒素その他の不純物が少ない 99.99% (m/m) 以上のもの。アルゴンの純度は定量値に大きな影響を与えるので、ボンベで装置に供給する場合には、ボンベのロットが変更になった場合や、残量が少なくなった場合は、**12.**によって定量結果を確認する。

6.2 装置の調整 装置の調整は、**附属書（規定）** の **1.3** による。

6.3 装置性能基準 装置性能基準は、次による。

- a) **6.2** によって調整した発光分光分析装置は、併行精度及び感度が適切になるように分析条件（分析線、励起条件、測光条件など）を設定する。

- b) 併行精度は、表 2 及び表 3 に示す併行標準偏差許容値以下とする。

なお、併行精度とは、均質な試料、例えば、機器分析用鉄鋼標準物質を 9. の手順に従って連続して少なくとも 6 回以上の発光強度を測定し、測定ごとに定量値を求め、その定量値の標準偏差をいう。

- c) 装置性能基準のチェックは、期間を定めて定期的に行い、分析条件を変更した場合、又は装置の修理、調整など装置の状態が変わる場合には、必ず行う。

表 2 併行標準偏差許容値 (鋼)

単位 % (m/m)

成分	成分含有率の範囲				併行標準偏差許容値 ⁽¹⁾
炭素	0.013	以上	0.14	未満	$3.0 \times (0.013\ 08 \times C\% + 0.000\ 45)$
	0.14	以上	0.49	以下	$3.0 \times (0.001\ 98 \times C\% + 0.002\ 01)$
けい素	0.10	以上	1.42	以下	$3.0 \times (0.009\ 40 \times Si\% - 0.000\ 38)$
マンガン	0.12	以上	1.79	以下	$3.0 \times (0.005\ 08 \times Mn\% + 0.000\ 11)$
りん	0.004	以上	0.038	以下	$3.0 \times (0.012\ 57 \times P\% + 0.000\ 09)$
硫黄	0.002	以下	0.041	以下	$3.0 \times (0.026\ 30 \times S\% + 0.000\ 06)$
ニッケル	0.015	以上	4.00	未満	$3.0 \times (0.005\ 98 \times Ni\% + 0.000\ 34)$
	4.00	以上	20.6	以下	$3.0 \times (0.007\ 40 \times Ni\% - 0.005\ 33)$
クロム	0.011	以上	3.3	未満	$3.0 \times (0.004\ 13 \times Cr\% + 0.000\ 43)$
	3.3	以上	15.0	未満	$3.0 \times (0.001\ 48 \times Cr\% + 0.009\ 20)$
	15.0	以上	25.6	以下	$3.0 \times (0.008\ 20 \times Cr\% - 0.091\ 60)$
モリブデン	0.010	以上	2.43	以下	$3.0 \times (0.006\ 03 \times Mo\% + 0.000\ 16)$
銅	0.024	以上	0.49	以下	$3.0 \times (0.007\ 19 \times Cu\% + 0.000\ 25)$
バナジウム	0.010	以上	0.40	以下	$3.0 \times (0.004\ 13 \times V\% + 0.000\ 09)$
コバルト	0.013	以上	0.27	以下	$3.0 \times (0.002\ 44 \times Co\% + 0.000\ 29)$
チタン	0.012	以上	0.10	以下	$3.0 \times (0.009\ 27 \times Ti\% + 0.000\ 01)$
ひ素	0.005	以上	0.046	以下	$3.0 \times (0.004\ 74 \times As\% + 0.000\ 24)$
すず	0.006	以上	0.066	以下	$3.0 \times (0.008\ 75 \times Sn\% + 0.000\ 08)$
ほう素	0.001 4	以上	0.007	以下	$3.0 \times (0.004\ 73 \times B\% + 0.000\ 03)$
窒素	0.001	以上	0.15	以下	$3.0 \times (0.009\ 99 \times N\% + 0.000\ 39)$
ジルコニウム	0.008	以上	0.039	以下	$3.0 \times (0.020\ 45 \times Zr\% + 0.000\ 06)$
ニオブ	0.010	以上	0.050	以下	$3.0 \times (0.003\ 08 \times Nb\% + 0.000\ 26)$
カルシウム	0.000 6	以上	0.002 9	以下	$3.0 \times (0.022\ 23 \times Ca\% + 0.000\ 02)$

注⁽¹⁾ 各成分の元素記号%は、その各成分について 6.3b) で併行精度を求める際に得られる定量値 [% (m/m)] の平均値を意味する。

表 3 併行標準偏差許容値 (鉄)

単位 % (m/m)

成分	成分含有率の範囲				併行標準偏差許容値 ⁽¹⁾
炭素	2.2	以上	4.32	以下	$3.0 \times (0.005\ 01 \times C\% + 0.002\ 9)$
けい素	0.32	以上	1.60	未満	$3.0 \times (0.006\ 09 \times Si\% + 0.001\ 7)$
	1.60	以上	3.44	以下	$3.0 \times (0.014\ 59 \times Si\% - 0.011\ 8)$
マンガン	0.18	以上	2.42	以下	$3.0 \times (0.003\ 92 \times Mn\% + 0.001\ 3)$
りん	0.010	以上	0.57	以下	$3.0 \times (0.010\ 40 \times P\% + 0.000\ 3)$
硫黄	0.003	以下	0.23	以下	$3.0 \times (0.032\ 82 \times S\% + 0.000\ 2)$
ニッケル	0.03	以上	5.27	以下	$3.0 \times (0.008\ 26 \times Ni\% + 0.000\ 1)$
クロム	0.02	以上	2.11	以下	$3.0 \times (0.006\ 42 \times Cr\% + 0.000\ 2)$
銅	0.02	以上	2.11	以下	$3.0 \times (0.046\ 70 \times Cu\% + 0.000\ 3)$
チタン	0.009	以上	0.17	以下	$3.0 \times (0.018\ 66 \times Ti\% - 0.000\ 1)$

6.4 分析条件 分析試料の種類、共存成分、同時定量成分の種類及び定量成分の含有率に応じ、装置性能基準を満足するように分析条件を設定する。分析条件の例及びその関連事項を表 4～7 に示す。新しく成形された対電極に交換した直後、及び放電を多数回繰り返した状態での発光強度は不安定となる場合があるので、安定した発光強度が得られる分析回数の範囲を事前に調査しておく。

表 4 分析条件の例

項目	内容
分光器内の圧力	2.7Pa 以下
分光器の逆線分散	1nm/mm 以下
入口スリット幅	20～50μm
測光方式	定時間積分法 時間分解 PDA 測光法
分析試料と対電極との間げき (隙)	4.0～6.0mm
発光時のアルゴンガス流量	4～18L/min
分析線の波長	表 5 を参照
励起条件及び放電条件	表 6 及び表 7 を参照

表 5 分析線及び内標準線の例

成分	分析線の波長 nm	成分	分析線の波長 nm
炭素	C I 156.14	アルミニウム	Al I 308.22
	C I 165.81		Al I 394.40
	C I 193.09		Al I 396.15
けい素	Si I 212.42	ひ素	As I 197.26
	Si I 251.61		As I 228.81
	Si I 288.16		As I 234.98
マンガン	Mn II 290.02	すず	Sn I 189.99
	Mn II 293.31		Sn I 317.50
りん	P I 177.50		Sn I 326.23
	P I 178.29	ほう素	B I 182.58
	P I 214.91		B I 182.64
硫黄	S I 180.73		B II 206.72
ニッケル	Ni II 225.39		B I 208.96
	Ni II 227.02		B I 249.68
	Ni II 227.73	窒素	N I 149.26
	Ni II 231.60		Pb II 220.35
	Ni I 341.48	鉛	Pb I 283.31
	Ni II 243.79		Pb I 405.78
クロム	Cr II 265.85	ジルコニウム	Zr II 339.20
	Cr II 267.72		Zr II 343.82
	Cr II 276.65	ニオブ	Nb II 319.50
	Cr II 286.09		Nb II 320.63
	Cr II 286.26	マグネシウム	Mg II 279.55
	Cr II 298.92		Mg II 280.27
	Cr I 428.97		

成分	分析線の波長 nm			成分	分析線の波長 nm		
モリブデン	Mo	II	202.03	カルシウム	Ca	II	393.37
	Mo	II	277.54		Ca	II	396.85
	Mo	II	281.62	タンタル	Ta	II	240.06
	Mo	I	313.26	アンチモン	Sb	I	187.12
	Mo	I	317.03	セレン	Se	I	196.09
	Mo	I	386.41	テルル	Te	I	214.28
				ランタン	La	II	408.67
銅	Cu	II	213.60	セリウム	Ce	II	413.76
	Cu	II	224.26	鉄（内標準線）	Fe	II	170.20
	Cu	I	327.40		Fe	II	261.49
タングステン	W	II	209.86		Fe	II	271.44
	W	II	210.32		Fe	I	287.23
	W	II	220.45		Fe	I II	287.53
	W	II	239.71		Fe	I	296.69
	W	I	400.88		Fe	II	322.77
バナジウム	V	II	310.23		Fe	I	353.66
	V	II	311.07		Fe	I	371.99
	V	II	437.92		Fe	I	382.04
コバルト	Co	II	228.62		Fe	I	393.03
	Co	II	258.03		Fe	I	438.35
	Co	I	345.35		Fe	I	440.48
チタン	Ti	II	323.45				
	Ti	II	324.20				
	Ti	II	337.28				

表 6 励起条件の例

No.	励起条件					備考
	二次電圧 E (V)	静電容量 C (μF)	自己誘導 L (μH)	二次抵抗 R (Ω)	周波数 f (Hz)	
I	300~1 000	2~12	3~35	残留分~5	200~600	主に予備放電に適用
II	300~1 000	2~20	(1)10, 140 (2)20, 160	残留分~10	40~500	主にりん, 硫黄, ほう素, アルミニウム, すずの定量に適用
III	300~700	1.5~2.5	5~20	残留分~10	40~500	上記以外の成分の定量に適用
IV	300~500	(1)4, 2, 2 (2)2, 2, 2	(1)2, 20, 140 (2)2, 2, 150 (3)2, 22, 142 (4)8, 16, 198	残留分	40~500	1 パルスの発光強度を時間分割し定量するための励起源
V	300~850	0.5~2.5	5~180	残留分~10	40~500	対電極先端の付着物を除去するために適用

表 7 放電条件の例

		予備放電	りん, 硫黄, ほう素, アルミニウム, すずの定量	左記以外の成分の定量	対電極のクリーニング
適用例 1	放電順序	1	3	2	4
	励起条件 ^(*)	I~IV のいずれか	II	III	V
	予備放電数	700~3 000	100 ~ 500	100 ~ 500	10 ~ 600
	測定パルス数	—	1 000 ~ 2 000	1 000 ~ 2 000	—

		予備放電	りん, 硫黄, ほう素, アルミニウム, すずの定量	左記以外の成分の定量	対電極のクリーニング
適用例 2	放電順序	—	1	2	3
	励起条件 ^(*)	なし	II	III	V
	予備放電数		700 ~ 3 000	100 ~ 500	10 ~ 600
	測定パルス数		1 000 ~ 2 000	1 000 ~ 2 000	—
適用例 3	放電順序	—	1		2
	励起条件 ^(*)	なし	IV		V
	予備放電数		700 ~ 3 000		10 ~ 600
	測定パルス数		1 000 ~ 2 000		—

注^(*) 表6の励起条件 No.を示す。

7. 検量線作成用標準物質, 検量線校正用試料及び分析試料

7.1 検量線作成用標準物質 検量線作成用標準物質は, 次による。

- a) **機器分析用鉄鋼認証標準物質** 十分に均質で一つ以上の成分に認証値が付いた機器分析用鉄鋼標準物質。ただし, 分析試料とや金的履歴が異なる場合もあるので, 検量線作成用標準物質に用いる際には, 分析試料とや金的履歴及び化学組成が近似する機器分析用鉄鋼標準物質によって検量線を修正する必要がある。
- b) **機器分析用鉄鋼標準物質** 均質で分析試料とや金的履歴及び化学組成が近似しており, 定量成分の標準値が日本工業規格など公的に定められた化学分析方法を用いて決定され, その精確さが化学分析用鉄鋼認証標準物質^(*)によって保証されたものとする。そのような公的方法がない場合は, その分析所にて技術的に確認され文書化された化学分析方法を用いて標準値を決定する。機器分析用鉄鋼標準物質の標準値を決定する場合には, 化学分析用鉄鋼認証標準物質を併行分析し, その定量値が許容差を満足する^(*)ことを確認する必要がある。このような標準がない場合は, 使用した基準を文書化しておく。

注^(*) 十分に均質で一つ以上の成分に認証値が付いた化学分析用の鉄鋼標準物質。

^(*) 判定方法の詳細は, JIS G 1201 による。

7.2 **検量線校正用試料** 検量線の確認及び校正を行うために日常用いる試料で, 機器分析用鉄鋼認証標準物質又はそれに相当する均質性をもった試料であればや金的履歴及び化学組成が近似していなくてもよい。この試料は装置性能基準の判定にも用いることができる。

7.3 **分析試料** 分析試料は, JIS C 0417 によって採取する。

8. **分析試料の調製** 分析試料の調製は, JIS G 0417 によって切断するか又は切削機械を用いて分析面の径が 20mm 以上で厚さ 3mm 以上の形状^(*)に加工し, 分析面を研削又は研磨機械によって平面状^(*)に調製する。

溶銑試料は, 白銑化した部分が分析面となるように試料の調製を行う。研磨ベルト及びグラインダを用いる場合には, 試料調製研磨材の粒度は, JIS R 6001 の#36~#240 番を用いる。と(砥)粒の材質によっては分析面を汚染し, 定量値に影響を与える場合があるので, 目的に合わせた材質の選択を行う。また, 分析試料調製の際の試料の温度上昇は, 発光条件によっては定量値に影響を及ぼす場合があるため, 常に一定温度となるような調製条件にする必要がある。

注^(*) 試料の径が20mm 未満又は厚さが3mm 未満の場合には, 補助金具を用いる。

- (⁶) 試料の放電面が平らに、また、その粗さが一定に仕上がるように研磨材・切削機械を管理しなければならない。

9. 操作 操作は、JIS K 0116 によるほか、次のいずれかによる。

a) 発光強度法

- 1) 6.2 に従って調整された分析装置の試料支持台に、8.で調製した分析試料との対電極 [6.1a)] を設置する。
- 2) 6.4 に従って決定した分析条件で発光させ、発光強度を測定する。
- 3) 2)で得た発光強度を発光強度測定値とする。

b) 強度比法

- 1) a)の 1)及び 2)の手順に従って操作する。
- 2) a)の 2)で得た定量成分の発光強度と内標準元素の発光強度との比を求め発光強度測定値とする。

10. 検量線の作成 検量線の作成は、次のいずれかによる。

- a) 品種別検量線の作成 分析試料とや金の履歴及び化学組成が近似し、定量成分含有率範囲をほぼ等分できる 4 種類以上の検量線作成用標準物質を用意し(⁷)、9.の a)又は 9.の b)の手順に従って分析試料と同一の条件で発光強度の測定を行い、得た発光強度測定値と定量成分の標準値とから式(1)、式(2)又は式(3)のいずれかの関係式を求めて検量線(⁸)とする。

$$W_i = a_1 I_i + b_1 \cdots \cdots \cdots (1)$$

$$W_i = a_2 I_i^2 + b_2 I_i + c_2 \cdots \cdots \cdots (2)$$

・

$$W_i = a_n I_i^n + b_n I_i^{(n-1)} \cdots \cdots + c_n \cdots \cdots \cdots (3)$$

ここに、 W_i : 検量線作成用標準物質の定量成分 i の標準値% (m/m)
 I_i : 検量線作成用標準物質の定量成分 i の発光強度測定値
 a_1, b_1 : 定数項
 a_2, b_2, c_2 : 定数項
 ・
 a_n, b_n, c_n : 定数項

注(⁷) や金の履歴及び／又は化学組成の異なる一連の機器分析用鉄鋼認証標準物質又は機器分析用鉄鋼標準物質を用いてもよい。ただし、この場合は、いったん求めた検量線で、分析試料とや金の履歴及び化学組成とが近似する機器分析用鉄鋼標準物質を分析し、標準値からの定量値の偏りを求め、偏りが最小となるように修正して検量線とする。

(⁸) 検量線は、適切な含有率範囲で分割して作成してもよい。

- b) 基準検量線(⁹)の作成 基準検量線の作成は、次の手順によって行う。

注(⁹) 共存成分及び鉄量の影響を、例えば、次に規定するスペクトル線重なり補正係数などを用いて補正することによって、検量線作成用標準物質とや金履歴の近似した品種で化学組成が異なる分析試料中の成分を定量する場合に用いることができる。

- 1) スペクトル線重なり補正係数(¹⁰)の算出 鉄及び定量成分 i からなる、一連の Fe- i 二元系鉄鋼標準物質(¹¹)の定量成分 i の発光強度を 9.の a)又は 9.の b)の手順によって測定し、この発光強度測定値と定量成分 i の標準値との関係を Fe- i 二元系検量線とする。次に、鉄及び成分 j からなる一連の Fe- j 二元系鉄鋼標準物質を用いて、定量成分 i の分析線における発光強度を Fe- i 二元系鉄鋼標準物質と同

一条件で測定し、その発光強度測定値と Fe-i 二元系検量線とから定量成分 i に相当する見掛けの定量値 $\Delta X_i^{(12)}$ を求める。この ΔX_i と共存成分 j の含有率との関係を、最小二乗法によって一次回帰計算を行い、式(4)からスペクトル線重なり補正係数 l_j を求める。

$$\Delta X_i = l_j \cdot W_j + C \cdots \cdots \cdots (4)$$

ここに、 ΔX_i : Fe-j 二元系鉄鋼標準物質の定量成分 i の見掛けの定量値% (m/m)

W_j : Fe-j 二元系鉄鋼標準物質の定量成分 j の標準値% (m/m)

l_j : 定量成分 i に対する共存成分 j のスペクトル線重なり補正係数

C : 定数

注⁽¹⁰⁾ 定量成分の定量値に対する共存成分の影響の割合を示す補正係数。すなわち、定量成分 i のスペクトル線に共存する成分 j のスペクトル線が重なるとき、定量成分 i の見掛けの発光強度は実際の強度より高い値となる。このような場合に、定量成分 i に対する共存成分 j の影響量を補正するための係数。

(¹¹) 鉄を主成分とし、一つの定量成分だけを添加した鉄鋼標準物質で他成分を含むが、その含有率ができるだけ少ないものをいう。

(¹²) Fe-j 二元系鉄鋼標準物質中に含まれる定量成分 i の影響が無視できない場合は、定量成分 i の含有率を見掛けの定量値から差し引いた後、補正係数 l_j を算出する必要がある。

2) 推定基準値の算出 検量線作成用標準物質 (多元系) の定量成分 i の標準値 $W_i^{(13)}$ 及び共存成分 j の標準値 $W_j^{(13)}$ 並びに 1) で求めた補正係数 l_j を用いて式(5)から $\hat{X}_i$ を算出し、これを検量線作成用標準物質 (多元系) の定量成分 i の推定基準値とする。

$$\hat{X}_i = W_i + \sum l_j \cdot W_j \cdots \cdots \cdots (5)$$

注⁽¹³⁾ 鉄量補正をする場合は、含有率を鉄含有率 (W_{Fe}) の割合で除した値 (鉄量比) W_i' , W_j' を用いる。

$$W_i' = W_i / (W_{Fe}/100)$$

$$W_j' = W_j / (W_{Fe}/100)$$

3) 基準検量線の作成 2) で推定基準値 $\hat{X}_i$ を求めた検量線作成用標準物質 (多元系) について、9.の a) 又は 9.の b) の手順に従って分析試料と同一条件で操作し、得た定量成分の発光強度測定値 I_i と推定基準値 $\hat{X}_i$ とから式(6)、式(7)又は式(8)のいずれかの関係式を求めて基準検量線とする⁽¹⁴⁾。

$$\hat{X}_i = a_1 I_i + b_1 \cdots \cdots \cdots (6)$$

$$\hat{X}_i = a_2 I_i^2 + b_2 I_i + c_2 \cdots \cdots \cdots (7)$$

.

$$\hat{X}_i = a_n I_i^n + b_n I_i^{(n-1)} \Lambda + c_n \cdots \cdots \cdots (8)$$

ここに、 $\hat{X}_i$: 2) で得た検量線作成用標準物質の定量成分 i の推定基準値% (m/m)

I_i : 検量線作成用標準物質の定量成分 i の発光強度測定値

a_1, b_1 : 定数項

a_2, b_2, c_2 : 定数項

a_n, b_n, c_n : 定数項

注⁽¹⁴⁾ 基準検量線は、検量線の近似などに起因する微小誤差のために、真の二元系検量線とは完全に

一致しないこともある。

- c) **品種別基準検量線⁽¹⁵⁾の作成** 定量値の誤差が最小となるようにや金的履歴ごと又は適当な成分含有率ごとに、b)の手順に従って操作し、 I_i と $\hat{X}_i$ との関係式を求め、品種別基準検量線とする。

注⁽¹⁵⁾ a)の品種別検量線及び b)の基準検量線を用いて得た定量値について許容差以内の精確さが得られない場合に、共存成分の影響や鉄量変動の影響の補正を分析試料のや金的履歴ごと、又は適当な成分含有率ごとに行う場合に適用する。

11. **検量線の検定** 分析試料とや金的履歴及び化学組成が近似する検量線作成用標準物質を表 8 又は表 9 の成分含有率の範囲で定量し、定量値が表 8 又は表 9 の対標準物質許容差内であることを確認する。満足しない場合は、品種別検量線の細分化、検量線濃度範囲の分割又は基準検量線から品種別基準検量線への変更などを検討する。

表 8 対標準物質許容差 (鋼)

単位 % (m/m)

成分	成分含有率の範囲				対標準物質許容差 ⁽¹⁶⁾
炭素	0.013	以上	0.12	未満	$2.0 \times (0.039\,26 \times C\% + 0.002\,64)$
	0.12	以上	0.49	以下	$2.0 \times (0.025\,67 \times C\% + 0.004\,26)$
けい素	0.10	以上	1.42	以下	$2.0 \times (0.025\,98 \times Si\% + 0.003\,20)$
マンガン	0.12	以上	1.79	以下	$2.0 \times (0.018\,00 \times Mn\% + 0.004\,05)$
りん	0.004	以上	0.038	以下	$2.0 \times (0.041\,48 \times P\% + 0.000\,30)$
硫黄	0.002	以上	0.041	以下	$2.0 \times (0.067\,98 \times S\% + 0.000\,36)$
ニッケル	0.015	以上	4.00	未満	$2.0 \times (0.016\,38 \times Ni\% + 0.001\,55)$
	4.00	以上	20.6	以下	$2.0 \times (0.047\,13 \times Ni\% - 0.121\,44)$
クロム	0.011	以上	1.02	未満	$2.0 \times (0.020\,64 \times Cr\% + 0.003\,09)$
	1.02	以上	15.0	未満	$2.0 \times (0.015\,35 \times Cr\% + 0.008\,48)$
	15.0	以上	25.6	以下	$2.0 \times (0.041\,39 \times Cr\% - 0.382\,13)$
モリブデン	0.010	以上	2.43	以下	$2.0 \times (0.022\,50 \times Mo\% + 0.003\,81)$
銅	0.024	以上	0.49	以下	$2.0 \times (0.025\,16 \times Cu\% + 0.001\,31)$
バナジウム	0.010	以上	0.40	以下	$2.0 \times (0.018\,74 \times V\% + 0.001\,17)$
コバルト	0.013	以上	0.27	以下	$2.0 \times (0.034\,77 \times Co\% + 0.001\,50)$
チタン	0.012	以上	0.05	未満	$2.0 \times (0.023\,04 \times Ti\% + 0.001\,16)$
	0.05	以上	0.10	以下	$2.0 \times (0.015\,00 \times Ti\% + 0.001\,43)$
アルミニウム	0.005	以上	0.073	以下	$2.0 \times (0.017\,69 \times Al\% + 0.001\,56)$
ひ素	0.005	以上	0.046	以下	$2.0 \times (0.028\,34 \times As\% + 0.001\,05)$
すず	0.006	以上	0.066	以下	$2.0 \times (0.023\,83 \times Sn\% + 0.000\,39)$
ほう素	0.001 4	以上	0.007	以下	$2.0 \times (0.049\,28 \times B\% + 0.000\,09)$
窒素	0.001	以上	0.015	未満	$2.0 \times (0.031\,53 \times N\% + 0.000\,25)$
	0.015	以上	0.070	以下	$2.0 \times (0.018\,68 \times N\% + 0.000\,63)$
ジルコニウム	0.008	以上	0.039	以下	$2.0 \times (0.023\,40 \times Zr\% + 0.002\,57)$
ニオブ	0.010	以上	0.050	以下	$2.0 \times (0.015\,00 \times Nb\% + 0.001\,71)$
カルシウム	0.000 6	以上	0.002 9	以下	$2.0 \times (0.053\,57 \times Ca\% + 0.000\,14)$
アンチモン	0.008	以上	0.019	以下	$2.0 \times (0.091\,67 \times Sb\% + 0.003\,90)$
タングステン	0.001	以上	0.05	未満	$2.0 \times (0.212\,01 \times X\% + 0.000\,71)$
鉛	0.05	以上	1	未満	$2.0 \times (0.073\,64 \times X\% + 0.007\,63)$
マグネシウム	1	以上	25	以下	$2.0 \times (0.024\,73 \times X\% + 0.056\,19)$
タンタル					
セレン					
テルル					
ランタン					
セリウム					

注⁽¹⁶⁾ 各成分の元素記号及び X%は、その成分の定量値 [% (m/m)] を意味する。

表 9 対標準物質許容差 (鉄)

					単位 % (m/m)
成分	成分含有率の範囲				対標準物質許容差 ⁽¹⁶⁾
炭素	2.02	以上	4.32	以下	$2.0 \times (0.018\ 06 \times C\% + 0.096\ 3)$
けい素	0.32	以上	3.44	以下	$2.0 \times (0.024\ 21 \times Si\% + 0.010\ 2)$
マンガン	0.18	以上	0.93	未満	$2.0 \times (0.016\ 20 \times Mn\% + 0.003\ 3)$
	0.93	以上	2.42	以下	$2.0 \times (0.021\ 34 \times Mn\% - 0.001\ 5)$
りん	0.010	以上	0.57	以下	$2.0 \times (0.015\ 36 \times P\% + 0.002\ 1)$
硫黄	0.003	以上	0.23	以下	$2.0 \times (0.056\ 10 \times S\% + 0.001\ 2)$
ニッケル	0.03	以上	1.70	未満	$2.0 \times (0.010\ 25 \times Ni\% + 0.002\ 7)$
	1.70	以上	5.27	以下	$2.0 \times (0.032\ 48 \times Ni\% - 0.035\ 1)$
クロム	0.02	以上	2.11	以下	$2.0 \times (0.018\ 23 \times Cr\% + 0.000\ 9)$
銅	0.02	以上	2.11	以下	$2.0 \times (0.025\ 73 \times Cu\% + 0.000\ 8)$
チタン	0.009	以上	0.17	以下	$2.0 \times (0.038\ 94 \times Ti\% + 0.000\ 9)$
タングステン	0.001	以上	0.05	未満	$2.0 \times (0.212\ 01 \times X\% + 0.0007\ 1)$
鉛	0.05	以上	1	未満	$2.0 \times (0.073\ 64 \times X\% + 0.0076\ 3)$
マグネシウム	1	以上	25	以下	$2.0 \times (0.024\ 73 \times X\% + 0.0561\ 9)$
タンタル					
セレン					
テルル					
ランタン					
セリウム					

12. 検量線の校正 検量線の校正は、次による。

- a) 検量線作成用標準物質を定期的に定量し、定量値が表 8 又は表 9 に示す対標準物質許容差を満足するか、又は検量線校正用試料を定期的に定量し、校正時の目標値⁽¹⁷⁾との差が表 10 又は表 11 に示す室内再現許容差を満足することを確認する。前者による確認は、一定の頻度で必ず行う。これらを満足しない場合、及び次の 1)～9)に示すような装置変動要因が発生した場合には、検量線を校正する。

注⁽¹⁷⁾ 検量線校正用試料を、検量線の作成及び検定後の初期の段階でその検量線を使って繰り返し分析して得た各定量成分の暫定的な値。

- 1) 電源電圧に急激な変化があった場合
- 2) 分光器内の真空度が劣化した場合
- 3) 集光レンズ又は保護石英板を清掃した場合
- 4) アルゴンガスボンベのロットを変更した場合
- 5) 試料調製研磨材を取り替えた場合
- 6) 対電極を取り替えた場合
- 7) スペクトル線に対する入口スリットの相対位置を調整した場合
- 8) 装置の修理調整を行った場合
- 9) 長期間分析を休止した場合

- b) 検量線の校正は、例えば、次の方法による。

検量線作成時からの発光強度測定値の変化を検量線含有率範囲の上限及び下限付近の 2 個の検量線校正用試料を用いて式(9)によって補正する⁽¹⁸⁾。

$$I_i = \alpha \cdot I_i' + \beta \cdots \cdots \cdots (9)$$

ここに、 I_i : 分析試料の定量成分 i の補正後強度

$$\alpha = (I_{\text{H}} - I_{\text{L}}) / (I_{\text{H}}' - I_{\text{L}}')$$

I_i' : 分析試料の定量成分 i の未補正強度

$$\beta = I_{\text{H}} - \alpha \cdot I_{\text{H}}'$$

I_{H} : 高濃度側検量線校正用試料の検量線作成時の発光強度測定値

I_{L} : 低濃度側検量線校正用試料の検量線作成時の発光強度測定値

I_{H}' : 高濃度側検量線校正用試料の定量時の発光強度測定値

I_{L}' : 低濃度側検量線校正用試料の定量時の発光強度測定値

注⁽¹⁵⁾ 計算上は、分析試料の発光強度測定値に対する校正となっているが、検量線を校正する効果は同一である。

- c) 検量線を校正した後には、検量線作成用標準物質を定量し、定量値が表 8 又は表 9 に示す対標準物質許容差を満足するか、又は検量線校正用試料を定量して、校正時の目標値⁽¹⁷⁾との差が表 10 又は表 11 に示す室内再現許容差を満足することを確認する。ただし、前者による確認は、一定の頻度で必ず行う。
- d) 校正によって c) の条件を満足しない場合は、検量線を 10. によって再作成し、11. によって再検定する。

表 10 室内再現許容差 (鋼)

単位 % (m/m)

成分	成分含有率の範囲				室内再現許容差 ⁽¹⁹⁾
炭素	0.013	以上	0.12	未満	$2.0 \times (0.02721 \times C\% + 0.00132)$
	0.12	以上	0.49	以下	$2.0 \times (0.01609 \times C\% + 0.00263)$
けい素	0.10	以上	1.42	以下	$2.0 \times (0.01794 \times \text{Si}\% + 0.00031)$
マンガン	0.12	以上	1.79	以下	$2.0 \times (0.01085 \times \text{Mn}\% + 0.00153)$
りん	0.004	以上	0.038	以下	$2.0 \times (0.02581 \times \text{P}\% + 0.00017)$
硫黄	0.002	以上	0.041	以下	$2.0 \times (0.04375 \times \text{S}\% + 0.00024)$
ニッケル	0.015	以上	4.00	未満	$2.0 \times (0.01021 \times \text{Ni}\% + 0.00103)$
	4.00	以上	20.6	以下	$2.0 \times (0.02997 \times \text{Ni}\% - 0.07802)$
クロム	0.011	以上	1.02	以下	$2.0 \times (0.00800 \times \text{Cr}\% + 0.00215)$
	1.02	以上	15.0	以下	$2.0 \times (0.01044 \times \text{Cr}\% - 0.00146)$
	15.0	以上	25.6	以下	$2.0 \times (0.02766 \times \text{Cr}\% - 0.25990)$
モリブデン	0.010	以上	2.43	以下	$2.0 \times (0.01255 \times \text{Mo}\% + 0.00101)$
銅	0.024	以上	0.49	以下	$2.0 \times (0.01676 \times \text{Cu}\% + 0.00086)$
バナジウム	0.010	以上	0.40	以下	$2.0 \times (0.00991 \times \text{V}\% + 0.00018)$
コバルト	0.013	以上	0.27	以下	$2.0 \times (0.01220 \times \text{Co}\% + 0.00086)$
チタン	0.012	以上	0.05	未満	$2.0 \times (0.01555 \times \text{Ti}\% + 0.00016)$
	0.05	以上	0.10	以下	$2.0 \times (0.00820 \times \text{Ti}\% + 0.00052)$
アルミニウム	0.005	以上	0.073	以下	$2.0 \times (0.00820 \times \text{Al}\% + 0.00085)$
ひ素	0.005	以上	0.046	以下	$2.0 \times (0.00939 \times \text{As}\% + 0.00042)$
すず	0.006	以上	0.066	以下	$2.0 \times (0.00779 \times \text{Sn}\% + 0.00021)$
ほう素	0.0014	以上	0.007	以下	$2.0 \times (0.00879 \times \text{B}\% + 0.00005)$
窒素	0.001	以上	0.015	以下	$2.0 \times (0.00979 \times \text{N}\% + 0.00019)$
	0.015	以上	0.070	以下	$2.0 \times (0.00453 \times \text{N}\% + 0.00038)$
ジルコニウム	0.008	以上	0.039	以下	$2.0 \times (0.01452 \times \text{Zr}\% + 0.00021)$
ニオブ	0.010	以上	0.050	以下	$2.0 \times (0.00713 \times \text{Nb}\% + 0.00055)$
カルシウム	0.0006	以上	0.0029	以下	$2.0 \times (0.02138 \times \text{Ca}\% + 0.00008)$
アンチモン	0.008	以上	0.019	以下	$2.0 \times (0.04650 \times \text{Sb}\% + 0.00263)$

注⁽¹⁹⁾ 各成分の元素記号は、その成分の定量値 [% (m/m)] を意味する。

表 11 室内再現許容差 (鉄)

成分	成分含有率の範囲				単位 % (m/m)
	室内再現許容差 ⁽¹⁹⁾				
炭素	2.02	以上	4.32	以下	$2.0 \times (0.011\ 20 \times C\% + 0.065\ 0)$
けい素	0.32	以上	3.44	以下	$2.0 \times (0.015\ 92 \times Si\% + 0.006\ 3)$
マンガン	0.18	以上	0.93	未満	$2.0 \times (0.007\ 35 \times Mn\% + 0.001\ 2)$
	0.93	以上	2.42	以下	$2.0 \times (0.015\ 20 \times Mn\% - 0.006\ 1)$
りん	0.010	以上	0.57	以下	$2.0 \times (0.010\ 37 \times P\% + 0.001\ 3)$
硫黄	0.003	以上	0.23	以下	$2.0 \times (0.034\ 78 \times S\% + 0.000\ 8)$
ニッケル	0.03	以上	1.70	未満	$2.0 \times (0.006\ 09 \times Ni\% + 0.001\ 7)$
	1.70	以上	5.27	以下	$2.0 \times (0.021\ 61 \times Ni\% - 0.024\ 4)$
クロム	0.02	以上	2.11	以下	$2.0 \times (0.011\ 00 \times Cr\% + 0.000\ 5)$
銅	0.02	以上	2.11	以下	$2.0 \times (0.015\ 21 \times Cu\% + 0.000\ 6)$
チタン	0.009	以上	0.17	以下	$2.0 \times (0.015\ 43 \times Ti\% + 0.000\ 6)$

13. 計算 計算は、次のいずれかによる。

a) 品種別基準検量線を用いる場合 9.で得た発光強度測定値 I_i と 10.a) で作成して 12.で校正した検量線とから W_i を求め、試料中の定量成分 i の定量値とする。

b) 基準検量線又は品種別基準検量線を用いる場合

1) 発光強度法の場合

1.1) 未補正定量値の算出 9.a) で得た発光強度測定値 I_i と 10.b)3) で作成して 12.で校正した検量線とから $\hat{X}_i$ を求め、これを未補正定量値 X_i とする。

1.2) 定量値の算出 1.1) で得た X_i と 10.b)1) で求めた I_j を用いて、次の式(10)によって定量値を算出する。

$$\hat{W}_i = X_i - \sum I_j \cdot W_j \cdots \cdots (10)$$

ここに、

$\hat{W}_i$: 分析試料中の定量成分 i の定量値% (m/m)

X_i : 1.1) で得た分析試料中の定量成分 i の未補正定量値% (m/m)

W_j : 分析試料中の共存成分 j の含有率% (m/m)⁽²⁰⁾

注⁽²⁰⁾ 補正計算は共存成分の積を用いて行うので、共存成分の含有率を知る必要がある。この共存成分の含有率は、他の方法又は発光分光分析方法で求めた定量値を用いる。

2) 強度比法の場合

2.1) 未補正定量値の算出 9.b) で得た発光強度測定値 I_i と 10.b)3) で作成して 12.で校正した検量線とから $\hat{X}_i$ を求め、これを未補正定量値 X_i とする。

2.2) 定量値の算出 2.1) で得た X_i と 10.b)1) で求めた I_j を用いて式(10)によって定量値⁽²¹⁾を算出する。

注⁽²¹⁾ 注⁽¹³⁾によって鉄量補正した場合は、式(11)によって W_i' を計算し、定量値とする。

$$\hat{W}_i' = \hat{W}_i \cdot \hat{W}_{Fe} / 100 \cdots \cdots (11)$$

ここに、

$\hat{W}_i$: 分析試料の定量成分 i の定量値% (m/m)

$\hat{W}_i'$: 分析試料の定量成分 i の鉄量補正定量値% (m/m)

$\hat{W}_{Fe}$: 分析試料の鉄含有率% (m/m)

他の方法で求めた定量値又は次の式(12)によって求めた近似値を用いる。

$$\hat{W}_{\text{Fe}} = \frac{100 - \Sigma W_{\text{non}}}{100 + \Sigma W_{\text{cor}}} \cdot 100 \dots\dots\dots (12)$$

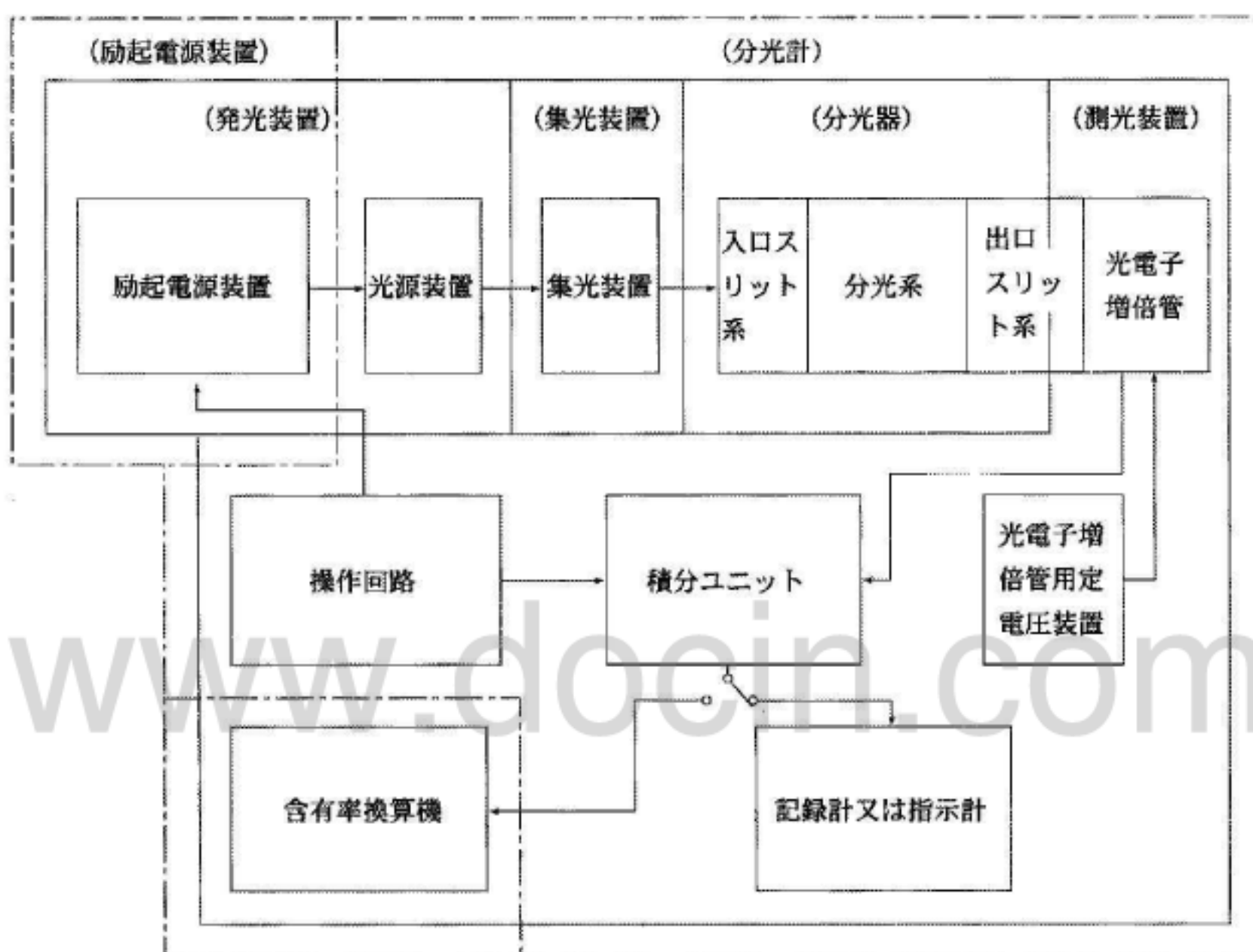
ここに、 ΣW_{non} : 他の方法で求めた共存成分の定量値の和又は鉄量補正しない成分の定量値 $\hat{W}_i$ % (m/m) の和
 ΣW_{cor} : 鉄量補正する成分の鉄量補正前の定量値 $\hat{W}_i$ % (m/m) の和

附属書（規定） スパーク放電発光分光分析装置

1. 装置

1.1 装置の概要 スパーク放電発光分光分析装置は、励起電源部、光源部、集光部、分光部、受光部及び測光部からなる。励起電源部では、試料の励起源を光源部に供給して発光させる。集光部では、この光を集光して分光部に導く。分光部では、入射した光を各元素のスペクトル線に分光して受光部で受ける。測光部では、受光部に入射した各元素のスペクトル線強度を光電的に測定して、指示・記録又はその測定値を元素含有率に換算して表示する。

1.2 装置の構成 装置は、次の単位装置で構成する。その一例を附属書図 1 に示す。



附属書図 1 スパーク放電発光分光分析装置構成図の一例

a) **励起電源装置** 試料を放電によって蒸発気化して励起発光させるための電力を光源部に供給できるので、次のいずれかを用いる。

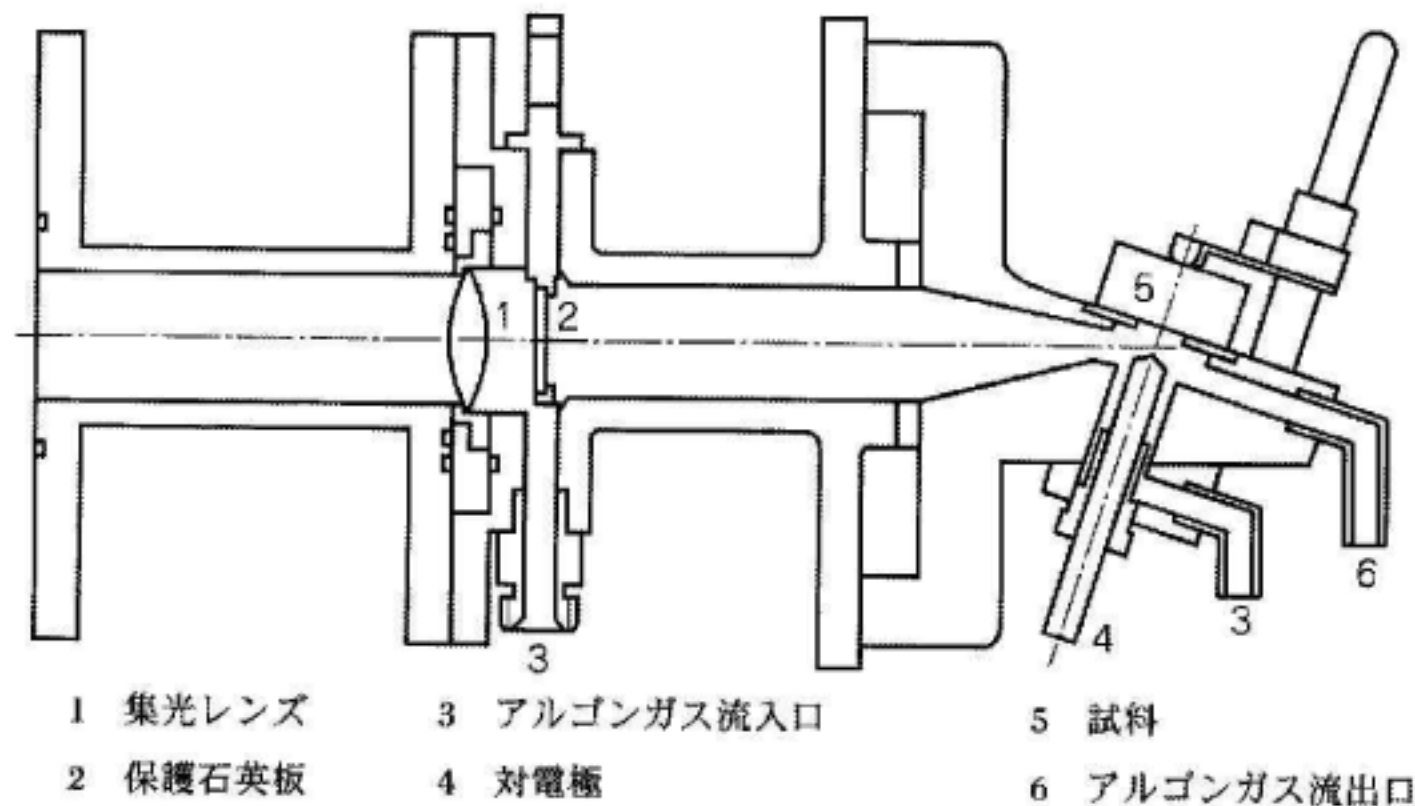
- 1) **直流高圧スパーク (DC HVS) 電源装置** 高圧変圧器で電圧を約 10kV 以上に上げ、整流管又は整流器で整流してコンデンサに充電し、これを同期回転断続器で順次放電することが可能な装置。
- 2) **交流高圧スパーク (AC HVS) 電源装置** 高圧変圧器で約 10kV 以上に電圧を上げ、コンデンサに充電し、分析間げきと直列若しくは並列に配列した制御間げき、又は直列に配列した同期回転断続器を用いて放電を制御することが可能な装置。
- 3) **低圧コンデンサ放電電源装置** 大容量のコンデンサを最高 1kV 程度に充電した後、高圧スパーク放

電によって点火することが可能な装置。

- b) **光源装置** 試料を放電によって発光させて光源とするために、試料電極・対電極の支持、特定ガスを用いる発光雰囲気調節、電極保持部分の水冷などが可能なもので、次のいずれかを用いる。

- 1) **平面試料用電極支持台** 通常、径 20mm 以上の平面試料が保持可能なもので、発光雰囲気にアルゴンなどを使用するとき、その流量を流量計及び自動弁によって調節できるもの。その一例を**附属書図 2**に示す。

備考 棒状試料の支持に兼用可能な構造のものを用いてもよい。



附属書図 2 平面試料用電極支持台の一例

- 2) **棒状試料用電極支持台** 通常、20mm 以下の棒状試料が保持できるもので、電極位置を調整するための電極投影、電極保持部分の過熱防止のための水冷が可能なもの。
- c) **集光装置** 集光レンズ系を用いて光源からの光を集光して分光系に入射させることが可能なもの。集光レンズ系には次のいずれかを用いる。

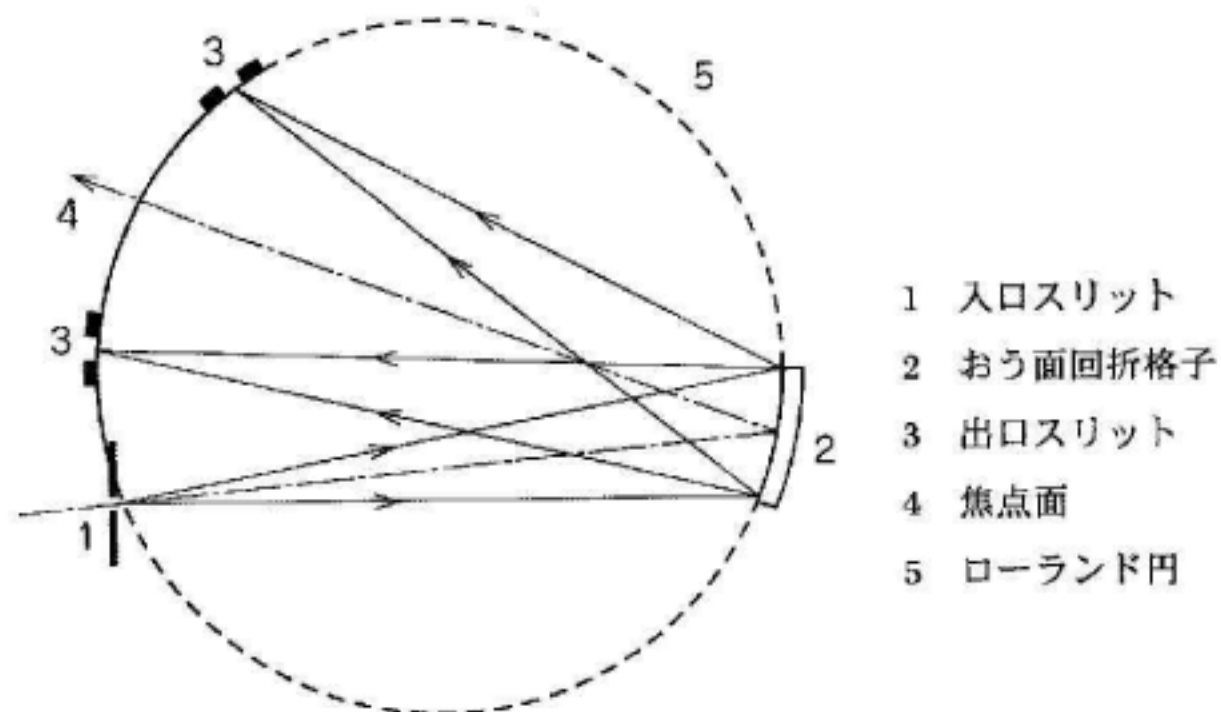
- 1) **コリメータ結像法** 1 個の集光レンズを入口スリットの前に置き、光源からの光を集光して入口スリットを均一に照射し、コリメータ上に結像できるもの。
- 2) **円筒レンズ結像法** 1 個の円筒レンズを用いて入口スリット上に上下に細長く結像させ、更にスリット直前に 1 個の円筒レンズを置いてコリメータ上に水平に細長く結像できるもの。

備考 通常、分光計ではコリメータ結像法を用いる。

- d) **分光器** 入口スリット系、分光系及び出口スリット系によって構成し、入口スリット系から入射した光を、分光系で分光し、出口スリット系によって各元素のスペクトル線に選別できるもの。通常、器内を真空下で使用する真空系又は常圧下で使用する常圧形を用いる。

- 1) **入口スリット系** 入口スリット及びその位置調整機構によって構成し、スリット幅が固定のもの又は可変のもの。通常、固定形を用いる。
- 2) **分光系** 回折格子又はプリズムによって分光可能なもの。通常、回折格子による分光系を用いる。回折格子による分光系には、おう面回折格子又は平面回折格子形を備えたものがあり、おう面回折格子には、パッシェンルンゲ形、イーグル形など、平面回折格子形には、エバート形があるが、通常、パッシェンルンゲ形分光系を用いる。

パッシェンルンゲ形分光系を、**附属書図 3**に示す。



附属書図3 パッシェンルンゲ形分光系

- 3) **出口スリット系** 出口スリット，出口スリットを通ったスペクトル線を光電子増倍管の光電陰極面上に結像させるためのおう面反射鏡，出口スリットにスペクトル線を入射させる石英屈折板などで構成し，出口スリットは，通常，スリット幅が固定のもので，分析線に対する妨害スペクトル線の影響の程度によって，入口スリットとともに適切なスリット幅を選択して使用できるもの。
- e) **測光装置** 光電子増倍管，積分ユニット，記録計，操作回路などで構成し，出口スリットからの光を光電子増倍管に受けて電流に変え，各スペクトル線の強度を測定できるもの。その測光方式には，積分ユニット及び記録計による電圧測定方式又は直接計数変換による電気量測定法式を用いる。
- 1) **光電子増倍管** 使用する分析線の波長に対して最適な波長感度領域のもので，その特性は，SN 比が大で感度が高く，疲労回復の早い特性をもち，その光電子増倍管の印加電圧を，スペクトル線強度に応じて調節できるもの。
 - 2) **積分ユニット** 漏えい及び履歴現象の極めて小さいコンデンサ並びにリレー群からなり，光電子増倍管の出力電流を充電して記録計，指示計又は含有率換算機に信号として入力できるもの。
 - 3) **記録計，指示計及び含有率換算機** 記録計及び指示計には，通常，デジタル表示計を用い，積分ユニットの出力信号を測定し，通常その測定値を，内標準線に対する相対値として記録・指示することが可能なもの。含有率換算機は，その相対値を対応する元素含有率に自動的に換算できる機能をもつもの。
 - 4) **操作回路** 多数のリレー，スイッチ，タイマなどで構成し，測光装置及び発光装置の各部分に対する作動指令を自動的に制御することが可能なもの。

1.3 装置の調整 装置の調整は，次による。

装置は，常に正常な運転ができるように十分に整備しておかなければならない。

a) 発光装置の調整 発光装置の調整は，次による。

励起電源装置の回路の諸元，光源装置の雰囲気ガス流量などは，試料の種類，定量成分，その定量範囲などによって適切な条件をあらかじめ決定しておく。

- 1) **予備通電** 励起電源装置の電氣的作動が安定するまで，あらかじめ適切な時間通電しておく。必要があれば励起電源装置の高圧変圧器の一次電圧を電圧調整器によって，所定の電圧に設定する。この一次電圧は，十分に安定していなければならない。
- 2) **励起電源装置の制御間げきの調整** 電極の放電面及び間げきが，常に規定の状態にあるようにそれ

それ定期的に成形することによって、また、スパーサ又は放電電圧で所定の間げきになるように調整する。

- 3) **雰囲気ガス流量の調整** 発光中及び休止中の流量が所定の値となるように、流量計を調整する。

参考 雰囲気ガス流量は、試料の発光に影響を与える。

- b) **光学系の調整** 集光装置及び分光器の光学系の調整は次による。点検及び調整は、あらかじめ実施しておかなければならない。

- 1) **集光レンズ及びその保護石英板の点検** 汚染されているときは清浄にする。汚染の有無は、通常、積分時間の増加又は感度の低下によって点検する。
- 2) **分光器内圧力の調整** 真空形分光計の器内圧力は、2.67Pa 以下の真空度に保持する。
- 3) **プロファイルの調整** 特定元素のスペクトル線を用い、調整機構によって分析線が出口スリットの正常の位置に入射するように光学系の調整を行う。自動調整機構をもつ装置では、その作動状況を確認する。

- c) **測光装置の調整** 測光装置の点検及び調整は、次による。

- 1) **予備放電** 光電子増倍管を含む測定回路が安定に作動するようになるまで、あらかじめ測光装置に適切な時間通電しておく。
- 2) **予備放電時間及びパルス数の決定** 予備放電時間及びパルス数は、分析試料、定量元素の種類、発光条件、分析線対などによって異なるので、あらかじめ実験的に確かめて決める。
- 3) **積分時間及びパルス数の調整** 積分時間及びパルス数の設定は、分析精度、所用時間、分析線の強度などを基準にして、あらかじめ実験的に定める。
- 4) **測定強度範囲の規制** 定量元素の濃度範囲及びスペクトル線の特性に応じて、各光電子増倍管の印加電圧を調整しておく。

2. **装置の設置** 装置の設置に当たっては、機種に応じた設置条件を満たさなければならない。通常、次の事項に留意する。

- a) 装置は、ほこりが少なく、腐食性ガスが入らない室内に設置することが望ましい。
- b) 分光分析室内は、通常、温度を 22～25℃とし、その変動を±1℃の範囲で、相対湿度を 60%以下に保持する。
- c) 分光器は、できるだけ振動の少ない場所に設置し、必要ならば防振床、防振ゴムなどを用いて振動の影響を受けないようにする。
- d) 装置の電源は、電圧変動を±1%以内に保持するために定電圧装置を介して供給し、できるだけ周波数変動の少ないものであることが望ましい。
- e) 装置を安定に作動させ、他の機器への妨害雑音を軽減するために、接地抵抗 20Ω以下の専用の接地設備を設けなければならない。
- f) 光源部にガスを供給する装置の場合には、ガスの配管は内面を清浄にしたステンレス鋼管、銅管などを用い、接合部分ができるだけ短いことが望ましい。
- g) 装置は、直射日光の当たらないところに置き、電灯光線がコリノメータに直接入射しないようにする。

3. **安全衛生** 分光分析を行う場合の安全衛生については、次の事項に注意する。

- a) 電気配線はすべて規格に適合するものを使用し、装置の絶縁及び接地は、十分に行わなければならない。

- b) 全部の電気回路を切断できる1個の主開閉器を備えなければならない。
- c) 装置の点検・修理は、やむをえない場合を除き、主開閉器を切ってから行う。主開閉器の開閉は、呼称しながら行うなどの方法によって、十分に注意して操作する。特に回路にコンデンサを含む励起電源装置においては、開閉器を切った後も、短時間帯電していることがあるので放電させてから行う。通電中の点検は、2名以上で行い、感電時の応急措置法を明確に決めておくことが望ましい。
- d) 装置を設置する室内は、試料発光時に発生する有毒ガス及びほこり、雰囲気として供給するガスなどの室内充満を避ける処置をする。
- e) 発光源からの紫外線放射光を直接見ないように注意する。必要があれば紫外線防止の保護具を使用する。
- f) 電気火災に備えて消火器具を室内に設置しておくことが望ましい。
- g) 騒音を発生する装置を使用する場合には、できるだけ吸音構造にすることが望ましい。
- h) 試料調製用機械の操作方法は、十分に習得してから行う。高速度切断機、ベルトサンダ、グラインダなどには、安全カバー、集じん装置などを備える。切削用の旋盤、ボール盤などの操作には手袋を使用してはならない。目に切りくずの入るおそれのある場合には、保護具を用いる。切削研磨くずの処理をおろそかにしてはならない。

原案作成委員会 構成表

社団法人日本鉄鋼連盟鋼材規格検討会 F02・03 分野

	氏名			所属
(主査)	磯部	健		社団法人日本鉄鋼連盟
(副主査)	稲本	勇		社団法人日本鉄鋼連盟
(委員)	余語	英俊		愛知製鋼株式会社
	安原	久雄		川崎製鉄株式会社
	滝沢	佳郎		川鉄テクノロジー株式会社
	河村	恒夫		株式会社コベルコ科研
	大石	隆司		山陽特殊製鋼株式会社
	山本	満治		新日本製鐵株式会社
	蔵保	浩文		住友金属工業株式会社
	伊藤	清孝		大同特殊鋼株式会社
	兼重	博		株式会社中山製鋼所
	守屋	昭夫		日新製鋼株式会社
	中川	耕作		日本金属工業株式会社
	井田	巖		日本鋼管株式会社
	上田	澄夫		日本高周波鋼業株式会社
	柿田	和俊		ISO/TC17/SC1 チェアマン (株式会社日鐵テクノロジー)
(事務局)	柴田	正宣		社団法人日本鉄鋼連盟

社団法人日本鉄鋼連盟鋼材規格三者委員会

	氏名			所属
(委員長)	佐久間	健	人	東京大学
(副委員長)	二 瓶	正	俊	文部科学省
	大河内	春	乃	東京理科大学
	土 門		齊	東京工科大学
(委員)	板 谷	憲	次	経済産業省
	穂 山	貞	治	経済産業省
	林		央	理化学研究所
	馬 木	秀	雄	石川島播磨重工業株式会社
	金 沢		孝	いすゞ自動車株式会社
	松 田	邦	男	川崎製鉄株式会社
	岡 井	遼	二	社団法人高圧ガス保安協会
	本屋敷	伸	一	株式会社神戸製鋼所
	小 峰	武	夫	コベルコツールエンジニアリング株式会社
	大 橋		守	新日本製鐵株式会社
	福 永		規	住友金属工業株式会社
	富 澤	精	治	鈴木金属工業株式会社
	大 橋	秀	之	大同特殊鋼株式会社
	大 山	康	郎	鉄管継手協会
	桑 村		仁	東京大学
	山 田	健	太郎	名古屋大学
	三 浦	恒	幸	日揮株式会社
	北 田	博	重	財団法人日本海事協会
	山 村	修	蔵	財団法人日本規格協会
	中 島	正	博	日本鋼管株式会社
	矢 部	信	男	社団法人日本水道協会
	川 原	雄	三	三菱重工株式会社
	前 原	郷	治	社団法人日本鉄鋼連盟
	金 子	純	一	日本大学
	土 田	繁	久	社団法人日本アルミニウム協会
	菅 野	久	勝	日本試験機工業会
	藤 沢		裕	日本伸銅協会
	野 呂	純	二	株式会社日産アーク
	小 野	昭	和	社団法人日本分析化学会
(幹事)	桃 木	明	和	社団法人日本鉄鋼連盟
(事務局)	小 林	経	明	社団法人日本鉄鋼連盟
	三 宮	好	史	社団法人日本鉄鋼連盟
	柴 田	正	宣	社団法人日本鉄鋼連盟
	磯 部		健	社団法人日本鉄鋼連盟
	稻 本		勇	社団法人日本鉄鋼連盟