

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 1258-0

規格名称 鉄及び鋼－ I C P 発光分光分析方法－第 0 部：一般事項

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】**

JIS G 1258-0:2007は、鉄及び鋼のICP発光分光分析方法の一般事項を規定したものである。現行規格は、2017年に追補2によって改正されて以降、約7年間経過したが、この間、関係するJIS K 0050及びJIS G 1201が改正され、分析方法規格に要求される事項などが変化してきたため、技術的内容を見直す必要がある。

【期待効果】

現行規格を分割制定することによって、規格使用者の利便性が高まるとともに、鉄鋼材料の成分組成が迅速かつ正確に評価され、効率的な産業活動に寄与することが期待できる。

(2) 制定の場合は規定する項目を、改正の場合は改正点

主な改正内容は、次のとおりである。

a) 用語及び定義並びに検量線の校正を規定する。

b) 内標準元素としてイットリウム及びスカンジウム以外の元素の適用を規定する。

(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

幅広い関係者が活用する統一的な方法を定める規格

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が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)にあっては中立者]の利便性の向上が図られる場合

目 次

	ページ
1 適用範囲	1
2 引用規格	1
3 用語及び定義	1
4 一般事項	1
5 規格群の適用範囲	1
5.1 第1部：多元素定量方法－酸分解・二硫酸カリウム融解法	1
5.2 第2部：多元素定量方法－硫酸りん酸分解法	2
5.3 第3部：多元素定量方法－酸分解・炭酸ナトリウム融解法	2
5.4 第4部：ニオブ定量方法－硫酸りん酸分解法又は酸分解・二硫酸カリウム融解法	3
5.5 第5部：ほう素定量方法－硫酸りん酸分解法	3
5.6 第6部：ほう素定量方法－酸分解・炭酸ナトリウム融解法	4
5.7 第7部：ほう素定量方法－ほう酸トリメチル蒸留分離法	4
5.8 第8部：タングステン定量方法－硫酸りん酸分解法	4
6 規格群の共通規定	5
6.1 分析線	5
6.2 内標準元素	5
6.3 標準液	6
6.4 共存成分のスペクトル重なり補正係数	6
6.5 ICP 発光分光分析装置の性能基準	7
6.6 検量線の作成	7
6.7 計算	9

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 1258-0:2017** 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 G 1258 規格群（鉄及び鋼－ICP 発光分光分析方法）は、次に示す部で構成する。

JIS G 1258-0 第 0 部：一般事項

JIS G 1258-1 第 1 部：多元素定量方法－酸分解・二硫酸カリウム融解法

JIS G 1258-2 第 2 部：多元素定量方法－硫酸りん酸分解法

JIS G 1258-3 第 3 部：多元素定量方法－酸分解・炭酸ナトリウム融解法

JIS G 1258-4 第 4 部：ニオブ定量方法－硫酸りん酸分解法又は酸分解・二硫酸カリウム融解法

JIS G 1258-5 第 5 部：ほう素定量方法－硫酸りん酸分解法

JIS G 1258-6 第 6 部：ほう素定量方法－酸分解・炭酸ナトリウム融解法

JIS G 1258-7 第 7 部：ほう素定量方法－ほう酸トリメチル蒸留分離法

JIS G 1258-8 第 8 部：タングステン定量方法－硫酸りん酸分解法

鉄及び鋼—ICP 発光分光分析方法—

第 0 部：一般事項

Iron and steel—ICP atomic emission spectrometric method— Part 0: General rules

1 適用範囲

この規格は、鉄及び鋼の ICP 発光分光分析方法を規定する **JIS G 1258** 規格群（以下、規格群という。）における各部の適用範囲及び規格群の一般事項について規定する。

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 1201 鉄及び鋼—分析方法通則

JIS K 0050 化学分析方法通則

JIS Z 8461 標準物質を用いた校正（検量線が直線の場合）

JIS Z 8462-2 測定方法の検出能力—第 2 部：検量線が直線である場合の方法

JIS Z 9041-1 データの統計的な解釈方法—第 1 部：データの統計的記述

3 用語及び定義

この規格で用いる主な用語及び定義は、**JIS G 1201** の**箇条 3**（用語及び定義）による。

4 一般事項

この規格に規定していない分析の一般事項は、**JIS G 1201** による。

5 規格群の適用範囲

5.1 第 1 部：多元素定量方法—酸分解・二硫酸カリウム融解法

第 1 部は、鋼中の**表 1**に規定する 16 成分の含有率について ICP 発光分光分析方法によって定量する方法のうち、酸分解・二硫酸カリウム融解法について規定する。この方法は、各成分について**表 1**に規定する範囲の定量に適用する。ただし、次のいずれかに該当する鋼には、適用しない。

- 鉄含有率（質量分率）が 92 %未満の鋼
- 各成分のうち 1 成分でも含有率（質量分率）が**表 1** の定量範囲の上限値を超える鋼
- **表 1** に規定されていない成分（炭素など）を質量分率 1.0 %以上（タングステンの場合は、質量分率 0.1 %以上）含む鋼

注記 第 1 部は、通常、炭素鋼、低合金鋼などの多元素定量に用いている。

表 1—第 1 部の適用分析成分及び定量範囲

適用分析成分	定量範囲 [質量分率 (%)]
けい素	0.01 以上 0.60 以下
マンガン	0.01 以上 2.00 以下
りん	0.003 以上 0.10 以下
ニッケル	0.01 以上 4.00 以下
クロム	0.01 以上 3.00 以下
モリブデン	0.01 以上 1.20 以下
銅	0.01 以上 0.50 以下
バナジウム	0.002 以上 0.50 以下
コバルト	0.003 以上 0.20 以下
チタン	0.001 以上 0.30 以下
アルミニウム	0.004 以上 0.10 以下
カルシウム	0.000 5 以上 0.005 以下
マグネシウム	0.000 5 以上 0.011 以下
ひ素	0.001 以上 0.012 以下
ジルコニウム	0.010 以上 0.060 以下
亜鉛	0.001 以上 0.005 以下

5.2 第 2 部：多元素定量方法—硫酸りん酸分解法

第 2 部は、鋼中の**表 2** に規定する 14 成分の含有率について ICP 発光分光分析方法によって定量する方法のうち、硫酸りん酸分解法について規定する。この方法は、各成分について**表 2** に規定する範囲の定量に適用する。ただし、次のいずれかに該当する鋼には、適用しない。

- 各成分のうち 1 成分でも含有率（質量分率）が**表 2** の定量範囲の上限値を超える鋼
- ひ素については、鉄含有率（質量分率）が 90 %未満の鋼

注記 第 2 部は、通常、ステンレス鋼、高炭素・高クロム合金鋼、工具鋼、高速度工具鋼などの多元素定量に用いている。

5.3 第 3 部：多元素定量方法—酸分解・炭酸ナトリウム融解法

第 3 部は、鋼中の**表 3** に規定する 14 成分の含有率について ICP 発光分光分析方法によって定量する方法のうち、酸分解・炭酸ナトリウム融解法について規定する。この方法は、各成分について**表 3** に規定する範囲の定量に適用する。ただし、次のいずれかに該当する鋼には、適用しない。

- 各成分のうち 1 成分でも含有率（質量分率）が**表 3** の定量範囲の上限値を超える鋼
- ひ素については、鉄含有率（質量分率）が 90 %未満の鋼

注記 第 3 部は、通常、ステンレス鋼の多元素定量に用いている。

表 2—第 2 部の適用分析成分及び定量範囲

適用分析成分	定量範囲〔質量分率 (%)〕
マンガン	0.01 以上 20.0 以下
ニッケル	0.01 以上 30.0 以下
クロム	0.01 以上 35.0 以下
モリブデン	0.01 以上 10.0 以下
銅	0.01 以上 5.0 以下
タングステン	0.10 以上 10.0 以下
バナジウム	0.01 以上 5.0 以下
コバルト	0.01 以上 20.0 以下
チタン	0.001 以上 3.0 以下
ニオブ	0.01 以上 5.0 以下
カルシウム	0.001 以上 0.005 以下
マグネシウム	0.000 5 以上 0.011 以下
ひ素	0.003 以上 0.012 以下
ジルコニウム	0.010 以上 0.060 以下

表 3—第 3 部の適用分析成分及び定量範囲

適用分析成分	定量範囲〔質量分率 (%)〕
けい素	0.10 以上 2.0 以下
マンガン	0.01 以上 20.0 以下
りん	0.003 以上 0.10 以下
ニッケル	0.02 以上 10.0 以下
クロム	0.03 以上 35.0 以下
モリブデン	0.10 以上 3.0 以下
銅	0.01 以上 5.0 以下
バナジウム	0.01 以上 1.0 以下
コバルト	0.01 以上 1.0 以下
チタン	0.001 以上 2.5 以下
アルミニウム	0.004 以上 1.5 以下
カルシウム	0.001 以上 0.005 以下
マグネシウム	0.002 以上 0.011 以下
ひ素	0.003 以上 0.012 以下

5.4 第 4 部：ニオブ定量方法—硫酸りん酸分解法又は酸分解・二硫酸カリウム融解法

第 4 部は、鉄及び鋼中のニオブ含有率について ICP 発光分光分析方法によって定量する方法である硫酸りん酸分解法又は酸分解・二硫酸カリウム融解法を規定するもので、ニオブ含有率（質量分率）0.001 % 以上 2.5 % 以下の定量に適用する。

注記 第 4 部は、通常、炭素鋼、低合金鋼、ステンレス鋼などにおけるニオブ添加鋼種の分析に用いている。

5.5 第 5 部：ほう素定量方法—硫酸りん酸分解法

第 5 部は、鋼中のほう素含有率について ICP 発光分光分析方法によって定量する方法のうち、硫酸りん酸分解法を規定するもので、ほう素含有率（質量分率）0.001 % 以上 2.0 % 以下の定量に適用する。

注記 第 5 部は、通常、原子力用ほう素添加ステンレス鋼、高炭素・高クロム合金鋼などにおけるほう

素添加鋼種の分析に用いている。

5.6 第 6 部：ほう素定量方法－酸分解・炭酸ナトリウム融解法

第 6 部は、鋼中のほう素含有率について ICP 発光分光分析方法によって定量する方法のうち、酸分解・炭酸ナトリウム融解法を規定するもので、ほう素含有率（質量分率）0.001 %以上 0.010 %以下の定量に適用する。ただし、次の鋼には、適用しない。

- － 共存成分の含有率（質量分率）が 1 成分でも表 4 の含有率上限値を超える鋼

注記 第 6 部は、通常、炭素鋼、低合金鋼などにおける微量ほう素添加鋼種の分析に用いている。

表 4－第 6 部における共存成分の含有率上限値

共存成分	含有率上限値〔質量分析 (%)〕
けい素	2.0
マンガン	20.0
りん	0.10
ニッケル	10.0
クロム	35.0
モリブデン	3.0
銅	5.0
バナジウム	1.0
コバルト	1.0
チタン	2.5
アルミニウム	1.5

5.7 第 7 部：ほう素定量方法－ほう酸トリメチル蒸留分離法

第 7 部は、鋼中のほう素含有率について ICP 発光分光分析方法によって定量する方法のうち、ほう酸トリメチル蒸留分離法を規定するもので、ほう素含有率（質量分率）0.000 1 %以上 0.010 %以下の定量に適用する。

注記 第 7 部は、通常、鋼中へ微量に混入したほう素の精密定量に用いている。鉄塔用高張力鋼鋼材（JIS G 3129）などでは、質量分率 0.000 1 %レベルのほう素の混入が特性に大きな影響を与えると考えられている。

5.8 第 8 部：タングステン定量方法－硫酸りん酸分解法

第 8 部は、鋼中のタングステン含有率について ICP 発光分光分析方法によって定量する方法である硫酸りん酸分解法を規定するもので、タングステン含有率（質量分率）10.0 %以上 20.0 %以下の定量に適用する。ただし、次の鋼には、適用しない。

- － 共存成分の含有率（質量分率）が 1 成分でも表 5 の含有率上限値を超える鋼

注記 第 8 部は、通常、高速度工具鋼の分析に用いている。

表 5－第 8 部における共存成分の含有率上限値

共存成分	含有率上限値 [質量分率 (%)]
マンガン	20.0
ニッケル	30.0
クロム	35.0
モリブデン	10.0
銅	5.0
バナジウム	6.0
コバルト	20.0
チタン	3.0
ニオブ	5.0
カルシウム	0.005
マグネシウム	0.011
ひ素	0.012
ジルコニウム	0.060

6 規格群の共通規定

6.1 分析線

各定量成分の発光強度を測定する分析線は、規格群の各規格（以下、個別規格という。）で規定された装置性能基準を満足すれば、どの波長の線を用いてもよい。

6.2 内標準元素

内標準元素は、次による。

- a) 強度比法で用いる内標準元素は、試料溶液中に含まれず、かつ、分析線に対して分光干渉を生じないことを確認しておく。

注記 1 内標準線及び分析線は、中性線同士又はイオン線同士でその励起エネルギー差が小さい発光線を選択している。

- b) JIS G 1201 の 7.2（分析値の精確さの検討）によって真度の検討を行い、規定の許容差を満足していることを確認した場合は、個別規格で規定しているイットリウム以外の内標準元素を用いてもよい。その場合は、イットリウムを当該内標準元素に置き換えた規定に従って操作する。

注記 2 ISO 10278:1995 では、内標準元素としてイットリウム及びスカンジウムを規定している。

- c) 内標準元素の発光強度が十分な安定性を保つレベルであれば、内標準元素溶液の濃度及び／又は添加量を変更してもよい。その場合、内標準元素を添加するすべての溶液について添加量を同一とする。また、内標準元素溶液は、他の成分の混入がないか、又は微量でその量が既知のものであれば、市販溶液を用いてもよい。
- d) 内標準元素溶液は、併行処理する内標準元素添加対象溶液のすべてについて、同一容器から同一量をはかりとって添加する。
- e) 内標準元素の発光強度は、定量成分と同時に測定する。シーケンシャル形分光器を装備した ICP 発光分光分析装置においては、内標準線及び分析線を同時に測定できる付属装置を装備した装置だけが、

強度比法による定量が可能である。

6.3 標準液

規格群で使用する標準液は、基本的には、高純度金属又は高純度酸化物を塩酸・硝酸で分解して調製した液を用いる。

JIS K 0050 の表 1（水との混合比で表すことのできる試薬）に規定されている試薬及びその水希釈溶液については、それらが標準液の調製だけに用いられる場合は、個別規格において改めて試薬として規定・記載しない。

なお、市販されている標準液は、トレーサビリティがとれ、かつ、他の成分の混入がない、又は微量でその量が既知の場合には、規格群で規定している標準液の代わりに用いてもよい。市販標準液は、規格群で規定している濃度について、その液に記載されている濃度又はファクターで補正して用いる。

注 1) 他の成分とは、定量成分、塩酸及び硝酸以外の成分を指している。

例 ニクロム酸カリウムを溶解して調製したクロム溶液は、カリウムを含有しているため、クロム標準液とはならない。

6.4 共存成分のスペクトル重なり補正係数

共存成分のスペクトル重なり補正係数（以下、補正係数という。）は、次による。

注記 **JIS K 0116** では、“共存成分のスペクトル重なり”を“他の元素の発光線による干渉”，“重なり補正”を“元素間干渉補正”と記載している。

- a) 補正係数は、規格群共通で用いてよい。
- b) 補正係数を求める鉄－共存成分 j 二元系溶液は、規格群共通で用いてよい。二元系溶液の調製について個別規格で規定されていない場合は、規格群の他の規格の規定によって調製する。
- c) 分析対象試料について、その組成の概要があらかじめ判明しているときは、鉄の代わりにその概要組成を基準として共存成分 j を段階的に添加した溶液によって共存成分の補正係数を求めてもよい。
- d) 含有率〔質量分率（％）〕換算値は、その溶液が含有する金属成分の総和量に対する質量分率（％）として算出する。
- e) 鉄の発光線が分析線に重なるときは、鉄の補正係数 L_{Fe} を、鉄濃度を段階的に添加して調製した溶液群の測定値から求める。各共存元素の補正係数は、係数を求めるための溶液群の調製方法によって、次のいずれかによる。

1) 鉄量を一定として共存元素量を段階的に添加して調製した溶液群の場合 ²⁾ 鉄の補正係数 L_{Fe} を差し引いた値とする ³⁾。

2) （鉄量＋共存元素量）が一定となるよう調製した溶液群の場合 ⁴⁾ 鉄の補正係数 L_{Fe} による補正をしない値とする。

注 2) 個別規格の、第 1 部及び第 4 部～第 7 部が該当している。

注 3) この場合に、スペクトル重なりの影響がないと判断されたとき、すなわち得られた補正係数がゼロとなったときは、その元素の補正係数は $(0 - L_{Fe} = -L_{Fe})$ となる。

注 4) 個別規格の、第 2 部、第 3 部及び第 8 部が該当している。

- f) 共存成分のスペクトル重なりの有無の判定は、次による。

共存元素の影響調査用に調製した一連の試料溶液の測定を 2 回以上行い、別の日に試料溶液を再調製して測定を更に 2 回以上行う。各々の一連の試料測定結果について相関係数（共存成分添加量と見

かけの定量成分量との相関係数) を求め、得た 4 個以上の相関係数の値のうち、3 個以上の値が 0.95 以上である場合を、スペクトル重なりがあると判定する。

- g) 共存元素の補正係数は、装置の分解能などによって異なるため、装置ごとに実測して求める。オーバーホールにおける分光器の調整、測光位置の変更など、分析条件を変更したときは、補正係数を求め直す。また、求めた補正係数について定期的にチェックすることが望ましい。
- h) 装置付属のコンピュータ内に補正係数計算機能が組み込まれている場合は、得られる含有値が個別規格の手順で計算した値と同等となることを確認の上、これを使用してもよい。

6.5 ICP 発光分光分析装置の性能基準

この規格群で用いる ICP 発光分光分析装置は、個別規格ごとに規定する性能基準を満足するように、分析線、励起条件、測光条件などを選定する。性能基準の調査は、定量成分ごとに行い、性能基準を満足しない範囲については、その成分を定量しない。

性能基準の調査は、期間を定めて定期的に行う。分析条件の変更、オーバーホールなどによって装置の状態が変わる可能性がある場合は、必ず調査する。

6.6 検量線の作成

6.6.1 検量線作成領域の決定

定量成分ごとに、個別規格に規定している検量線用溶液の最高濃度溶液（分割されている場合は、各区分での最高濃度溶液）を用いて検出器の条件を最適に設定し、個別規格に規定された含有率範囲の全領域について、短時間安定性又は短期間安定性（以下、安定性という。）を調べる。

- a) **全領域で安定性が評価基準を満足した場合** 全領域について一つの検量線を作成する。なお、分析試料中の定量成分の含有率の概略値が判明している場合は、全領域ではなく、その概略値を挟んだレベルの検量線用溶液を 4 個以上選んで作成してもよい。
- b) **全領域について同一条件では安定性が評価基準を満足しない場合** 一連の検量線用溶液群を、中間付近の濃度などで適宜分割し、それぞれの群の低濃度領域及び高濃度領域のいずれもが評価基準を満足するように検出器の条件を最適に設定して検量線を作成する。それぞれの領域の検量線用溶液は、4 個以上とするのが望ましい。

いずれの場合も、各規格に規定している検量線用溶液の標準液添加量を変更した検量線用溶液を調製し、検量線を作成してもよい。

検出器の条件の変更だけでは安定性の評価基準を満足できない場合は、装置の調整及び条件の変更を検討し、評価基準を満足した領域についてだけ検量線を作成する。

注記 検出器は、入射した光をその強度に応じた電気信号に変換するもので、光電子増倍管、半導体検出器などが用いられている。

6.6.2 検量線用溶液

あらかじめ試料組成が判明していて少数の特定成分だけを定量する場合は、試料に近似した組成の溶液（以下、マトリックス液という。）に、定量成分だけを段階的に添加して検量線用溶液を調製してもよい。その場合には、検量線用溶液に含まれる金属成分の総量が個別規格で規定している試料量とほぼ一致するように調製する。マトリックス液に加える各成分は、金属又は酸化物を規格に規定した操作で溶液化しても、あらかじめ調製された溶液を添加してもよいが、定量成分が含まれてないか、又はその量が少なく、

かつ、既知であるものを加える。

なお、検量線用溶液を試料に近似した組成とした場合、空試験液も試料に近似した組成とするのが望ましい。

6.6.3 検量線係数の算出

検量線係数の算出は、次による。

- a) 成分ごとに各検量線用溶液の発光強度又は発光強度比〔以下、発光強度（比）という。〕と、標準液として添加した定量成分量との関係について、相関係数が 0.999 95 以上の場合は一次回帰式を検量線とし、0.999 95 未満の場合は二次回帰式を検量線とする。ただし、二次回帰式としても回帰式からのばらつきが一次回帰式とほとんど変わらない場合は、一次回帰式を検量線としてよい。相関係数の求め方は、JIS Z 9041-1 の 6.3.1〔相関係数の求め方（直接計算する方法）〕による。
- b) 検量線用溶液の発光強度（比）と定量成分量とを回帰して求める検量線の係数の求め方は、検量線が直線である場合には、JIS Z 8461 又は JIS Z 8462-2 の 5.3.3〔校正関数（検量線）の推定〕による。ただし、JIS Z 8461 などに示されている回帰計算において、定量成分量を Y 、発光強度（比）を X として回帰し、得られた係数をそのまま検量線係数としてもよい。

注記 JIS Z 8461 などの回帰計算は、量を X 、測定値〔発光強度（比）〕を Y として回帰するため、発光強度（比）(I) から定量成分量 (C) を求める検量線 $C = a \times I + b$ の係数 a 及び b は、得られた回帰式 $Y = \beta_0 + \beta_1 \times X$ の係数 β_0 、 β_1 を用いて、 $a = (1/\beta_1)$ 、 $b = -(\beta_0/\beta_1)$ と表される。

- c) 検量線を高次の関数で表す場合は、一般に開示されている回帰計算式に従ってその式の係数を求める。
- d) ゼロメンバーの試料の測定値を含んで検量線係数を算出する場合は、ゼロメンバーの発光強度の成分量換算値がゼロとなるように係数を補正する。ただし、装置に組み込まれている自動計算処理プログラムで計算され、個別規格に規定されている式に従って空試験値を補正する計算処理フローとなっている場合には、計算された係数をそのまま検量線係数として使用してもよい。

6.6.4 検量線の校正

試料溶液の発光強度（比）測定時に、作成した検量線に経時変化を認めた場合は、定量成分の濃度が異なる複数の検量線校正用溶液を用意して、発光強度（比）を測定し、得た発光強度（比）の検出量換算値が検量線作成時におけるそれらの溶液の検出量換算値と一致するように、次のいずれかの方法によって検量線を校正する。

注記 検量線は、通常、装置に附属しているソフトウェアで校正されている。

なお、検量線校正用溶液は、検量線の含有率範囲に合わせて、個別規格の検量線用溶液の調製方法によって調製する。試料に近似した組成の認証標準物質又は作業用標準物質を、個別規格の試料と同様に調製して得た溶液を用いてもよい。

- a) **二点校正** 検量線の含有率範囲の上限及び下限付近（以下、高濃度側及び低濃度側という。）の 2 個の検量線校正用溶液を用いて、式(1)によって校正する。

$$I_{ic} = \alpha \times I_i + \beta \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここで、

I_{ic} : 分析試料中の定量成分 i の校正強度（比）
 I_i : 分析試料中の定量成分 i の発光強度（比）測定値
 α : $\frac{I_{iCH} - I_{iCL}}{I_{iH} - I_{iL}}$

β :	$I_{iCH} - \alpha \times I_{iH}$
I_{iH} :	高濃度側検量線校正用溶液の定量成分 i の検量線作成時における発光強度 (比) 測定値
I_{iL} :	低濃度側検量線校正用溶液の定量成分 i の検量線作成時における発光強度 (比) 測定値
I_{iCH} :	高濃度側検量線校正用溶液の定量成分 i の校正時における発光強度 (比) 測定値
I_{iCL} :	低濃度側検量線校正用溶液の定量成分 i の校正時における発光強度 (比) 測定値

- b) **多点校正** 高濃度側及び低濃度側を含む 3 個以上の検量線校正用溶液を用いて、測定した発光強度 (比) に基づき一次回帰を行い、検量線測定時との関係を確立することによって補正する。なお、二次回帰を行う場合は、4 個以上の検量線校正用溶液を用いる。

6.7 計算

計算は、次による。

a) 未補正含有率の算出

- 1) 試料中の定量成分 i の未補正含有率は、式(2)によって算出する。

$$X'_i = \frac{m_{i1} - m_{i2} + m_{i3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

ここで、	X'_i :	試料中の定量成分 i の未補正含有率 [質量分率 (%)]
	m_{i1} :	試料溶液中の定量成分 i の検出量 (g)
	m_{i2} :	空試験液中の定量成分 i の検出量 (g)
	m_{i3} :	空試験ではかりとった鉄中の定量成分 i の量 (g)
		鉄中の定量成分 i の含有率 (質量分率) が、その成分の定量範囲下限値の 1/10 未満であることが保証されている場合は、0 とする。
	m :	はかりとった試料の量 (g)

- 2) ゼロメンバーの試料の測定値を含まずに検量線係数を算出し、空試験液の測定値が検量線の適用範囲から外れる場合、未補正含有率の算出において m_{i2} [空試験液中の定量成分 i の検出量 (g)] は、ゼロとして算出する。
- 3) 空試験液を試料に近似した組成とした場合、未補正含有率の算出において m_{i3} の値として、“空試験ではかりとった鉄に含まれる定量成分 i の量 (g)” の代わりに、“空試験液を調製した鉄及び各添加成分に含まれる定量成分 i の量の総和 (g)” を用いる。

b) 定量値の算出

- 1) 試料中の定量成分 i の含有率は、式(3)によって算出する。

$$X_i = X'_i - \sum (L_{ij} \times W_j) \quad \dots\dots\dots (3)$$

ここで、	X_i :	試料中の定量成分 i の含有率 [質量分率 (%)]
	X'_i :	試料中の定量成分 i の未補正含有率 [質量分率 (%)]
	L_{ij} :	定量成分 i に対する共存成分 j の補正係数
	W_j :	試料中の共存成分 j の含有率 [質量分率 (%)]

- 2) 検量線用溶液を試料に近似した組成とした場合、定量値の算出式において W_j の値として、“共存成分 j の含有率〔質量分率 (%)〕”の代わりに、“試料中の共存成分 j の含有率からマトリックス液中の共存成分 j の試料換算含有率を差し引いた値〔質量分率 (%)〕”を用いて定量値を算出する。

参考文献

JIS G 3129 鉄塔用高張力鋼鋼材

JIS K 0116 発光分光分析通則

ISO 10278:1995 Steel — Determination of manganese content — Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method