

鉄鋼・非鉄金属標準物質

1 はじめに

鉄鋼・非鉄金属分析用の標準物質は、産業用途の組成標準物質としての歴史が古く、材料の高機能化、高性能化および多様化に伴って広範囲に整備されている。限られた紙面で鉄鋼・非鉄金属分析用標準物質を紹介するには限界があるため、1999年以降の状況を中心に紹介する。

2 鉄鋼標準物質

日本の鉄鋼分析用標準物質は、そのほとんどが社団法人日本鉄鋼連盟標準化センターより日本鉄鋼認証標準物質 (JSS: Japanese Iron and Steel Certified Reference Materials) として頒布されている。JSSはISO Guide 34¹⁾ (ISO Guide 31²⁾で記載が推奨される内容) に準じて生産されたCRM (certified reference materials) であり、鉄鋼製造における原料から製品までの幅広い種類を網羅し、1933年以来75年以上にわたって継続的に供給されている。JSSの種類と品種をまとめたものを表1に示すとともに、各品種の特徴を以下に記す。

1) 高純度鉄：化学分析用・機器分析用がある。特に機器分析用は、33成分もの認証値 (または参考値) が付与されており検量線作成時のゼロメンバーに準じる試料として有効である。高純度酸化鉄は鉄鉱石の分析に利用されている。

2) 鋼材 JIS規格品：JIS鋼材製品規格のうち代表的な鋼種について作製されている。化学分析用として、炭素鋼*・銑鉄・鋳鉄・低合金鋼*・強靱鋼・肌焼鋼・工具鋼・ステンレス鋼*・高速度鋼*・耐熱鋼・耐熱超合金と幅広く作製されている (*は機器分析用も作製されている)。

3) 専用鋼：鉄鋼材料の成分分析において定量上問題が起こりやすい成分、または分析機器の校正など使用頻度が高い成分を対象とした、単元素分析用の標準物質であり、7成分 (C, P, S, Si, Al, B, N) の専用鋼が入手可能である。最近、2元素 (C, S) 分析用専用鋼の頒布が開始された。

表1 日本鉄鋼連盟認証標準物質 (JSS) の種類と品種

種類	形状	品種 (品種数)
化学分析用	チップ、粉末状、瓶詰め、70~150 g	高純度鉄 (2)、銑鉄 (1)、鋳鉄 (2)、各種鋼 (44)、専用鋼 (28)、フェロアロイ (6)、高純度酸化鉄 (1)、鉄鉱石 (10)、副原料 (3)、スラグ (1)
機器分析用	円筒状、木箱入り、直径 30 mmφ 以上	高純度鉄 (1)、各種鉄鋼 (6種×4)、蛍光 X 線分析用鉄基二元系合金 (85)、鉄基三元系合金 (82)
ガス分析用	棒状、紙ケース入り、5~6 mmφ×230 mm	鋼中ガス (酸素・窒素・水素) 分析管理用 (3)
介在物抽出分離定量用	円柱状、瓶詰め、18 mmφ×50~70 mm	炭化物系・硫化物系介在物 (10)

4) 蛍光 X 線分析用合金：蛍光 X 線分析においては共存成分の近接スペクトルの重なりや吸収励起効果の影響を補正する必要がある。この補正係数を求めるために使用する標準物質で、鉄基二元系合金 14 種類、鉄基三元系合金 12 種類がある。

5) 鋼中介在物抽出分離定量用鋼：鋼中介在物・析出物の抽出分離定量法を体系化する過程で作製された。炭化物系 4 種類、硫化物系 6 種類が入手可能である。

6) 鉄鋼以外：原料 (鉄鉱石)、副原料 (マンガン鉱石・クロム鉱石・螢石・フェロアロイ) について、輸入量の多い銘柄を中心に代表的な品種がほぼ揃っている。

JSS 以外の CRM として以下のものがある。

社団法人日本分析化学会より、微量酸素分析用 CRM が頒布されている。JSS と同様 ISO Guide 34 に準じて生産された CRM である。素材は軸受鋼であり、表面の付着酸素を除いた酸素含有率について、荷電粒子放射化分析による分析値を認証値としている。

独立行政法人産業技術総合研究所計量標準総合センターより、電子線マイクロアナライザー (EPMA: electron probe micro analyzer) 分析用 CRM が頒布されている。これは ISO Guide 34 に加え、ISO/IEC17025³⁾に適合するという自己宣言がなされた品質システムに基づいて生産された CRM である。電子線の照射領域 (約 1 μmφ) を考慮し、微小領域でも成分偏析がなく面内濃度の均一性に優れるという特徴がある。現在、二元系 3 種類の鉄基合金 (Fe-Cr, Fe-Ni, Fe-C) について、それぞれ 5 水準の合金元素濃度が設定されており、濃度分布測定のための検量線作成に適している。

その他にも、標準物質 RM (reference materials) として頒布されているものが多数ある。国内で入手可能な標準物質の情報は、独立行政法人製品評価技術基盤機構が運営する標準物質総合情報システム⁴⁾ (RMinfo: Reference Materials total information services of Japan, <http://www.rminfo.nite.go.jp>) で確認できる。JSS については、在庫切れや新規作製準備中のため入手できない場合もあるので、購入にあたっては頒布機関への確認が必要である。

世界主要国の鉄鋼標準物質は、国際標準物質データベース⁵⁾ (COMAR: COde d'indexation des MAteriaux de Reference, <http://www.comar.bam.de/en/>) で検索可能である。至近 (2009年8月1日) の登録件数は 1998 件であり、内訳は英国 539、日本 384、中国 242、フランス 181、ポーランド 155、米国 122 などである。

3 非鉄金属標準物質

非鉄金属に関連する標準物質の必要性は、機器分析の広範な活用や分析値のバリデーションを求めるニーズに対応して一層高まっている。しかし、日本国内で認証値を付与された標準物質は限られており、海外の国家機関や民間団体が作製した標準物質が大きな役割を果たしている。非鉄金属の守備範囲は非常に広く、様々な種類の標準物質が必要であるが、作製にノウハウと労力を要するため、継続的かつ安定的に供給する体制を整えにくいのが実情である。

たとえば、金地金の純度を保証するための乾式試金法は、JIS M8115⁶⁾に規定されている分析方法を利用する。99.99%以上の高純度金を使用して照校試料の回収率から純度を求める相対分析法であるが、LBMA (London Bureau of Metal Association) にて作製される高純度金

表2 鉄鋼・非鉄金属分析に関連する国内外の標準物質頒布機関と標準物質情報の検索サイト

国名	機関名称	概要
英国	LBMA	LBMA が供給する標準物質(金, 銀)。www.lbma.org.uk/docs/alchemist/Alch54ReferenceMaterials.pdf
ベルギー	IRMM	IRMM が供給する標準物質(BCR, IRMM, ERM) について認証書及び報告書をダウンロード可能。http://www.irmm.jrc.be/rmcatalogue/searchrmcatalogue.do
ドイツ	BAM	BAM が供給する標準物質や、ドイツで生産された標準物質。EURONORM-CRM のカタログをダウンロード可能。http://www.bam.de/en/fachthemen/referenzmaterialien/zrm.htm
オーストリア	AQCS	IAEA の標準物質データベースで、認証書をダウンロード可能。http://www.iaea.org/programmes/aqcs/database/database_search_start.htm
スロバキア	SMU	SMU の標準物質カタログ。http://www.smu.sk/category/1/
韓国	KRISS	KRISS が供給している標準物質情報。http://crm.kriss.re.kr/english/index.jsp
中国	GBW	中国国家標準物質・標準物質情報センター。http://www.gbwl14.com/class_list.asp
カナダ	CCRMP	CCRMP が取り扱っている鉱石等の標準物質の情報。http://www.nrcan-rncan.gc.ca/mms-smm/tect-tech/crm-mrc-eng.htm
アメリカ	NIST	NIST が供給する標準物質の認証書・MSDS をダウンロード可能。http://ts.nist.gov/measurement-services/referencematerials/index.cfm
日本	財団法人化学物質評価研究機構(CERI)	計量法に基づく計量標準供給制度(JCSS: Japan Calibration Service System) における標準物質の指定校正機関として、特定標準物質(国家計量標準)を製造。標準ガス及び標準液が対象。http://www.cerij.or.jp/05_04_measurement_law/index.html
	一般社団法人軽金属製品協会試験研究センター	アルミニウム陽極酸化皮膜厚さ測定管理用標準板。http://www.apajapan.org/SHIKEN2/framepage10.htm
	社団法人日本アルミニウム合金協会(J.A.R.A.)	http://www.jara-al.or.jp/(但し、標準試料に関する記述はない)
	独立行政法人日本原子力研究開発機構(JAEA)	http://www.jaea.go.jp/index.shtml(但し、標準試料に関する記述はない)
	日本伸銅協会(JCBA)	http://www.copper-brass.gr.jp/(但し、標準試料に関する記述はない)
	社団法人日本チタン協会(JTS)	チタン標準物質。http://www.titan-japan.com/indexj.htm
	社団法人日本鉄鋼連盟(JISF)	日本鉄鋼認証標準物質(JSS)。http://www.jisf.or.jp/business/standard/jss/index.html
	社団法人日本分析化学会(JSAC)	日本分析化学会が供給する標準物質。http://www.jsac.or.jp/srm/srm.html

地金や金製造事業者が独自に精製して自身で純度を決定した高純度金を使用する以外に標準物質がない状況である。JIS H1183⁷⁾に規定される銀地金の発光分析用標準物質として利用可能な CRM は、LBMA や NCS (Central Iron and Steel Institute, China) から頒布されているが、国産の市販品を入手することはできない。

総じて標準物質の情報を収集する場合には、RMInfo から日本国内を含めて主要な標準物質に関する検索ができる。その他の標準物質で入手可能なものは、表2に示す機関から頒布されており、日本国内の販売代理店を通じて入手可能である。

なお、銅中の不純物や銅合金中の添加成分を分析するための標準物質は日本伸銅協会から、チタン及びチタン合金分析用標準物質は日本チタン協会から、アルミニウム及びアルミニウム合金関係の標準物質は日本アルミニウム協会からそれぞれ頒布されている。これらの標準物質は、成分分析用認証標準物質や蛍光 X 線分析用などの機器分析校正用の標準物質として適用可能である。以前は、ジルコニウムの不純物及びジルコニウム合金中の添加成分分析用標準物質は、蛍光 X 線分析や質量分析等の機器分析用に JAERI (Japan Atomic Energy Research Institute: 現独立行政法人日本原子力研究開発機構) から頒布された炉材料用ジルコニウム標準物質などがあつた。

国際的には、欧州における BCR[®] (Community Bureau of Reference), IRMM (Institute for Reference Materials and Measurements), ERM[®] (European Reference Materials) などの標準物質頒布機関が非鉄金属関連の標準物質を多く供給しており、NIST (National Institute of Standard and Technology) もこれらと同等の規模で供給体制を構築している。残念ながらアルカリ金属、アルカリ土類金属、軽金属 (Li, Be), 鉛, 亜鉛, スズ, ビスマス, ニッケル, クロム, コバルト, 貴金属, 希土類元素およびこれらの合金に関連する CRM は国内では作製されていない。

4 おわりに

日本は地下資源に乏しく規模も限られているにもかかわらず、世界的に見て製鉄業、非鉄金属製造/加工事業が非常に盛んである。これら製品の品質を保証する分析値の信頼性を確保し、国際相互認証の要求に応える計量データとするためにも、標準物質を継続的かつ安定的に入手できるシステムを維持してゆくことが重要である。また、日本独自の非鉄金属系新素材の CRM を整備することが必要であると同時に、それらの分析方法の標準化においても世界のイニシアチブを取れるような活動が重要であろう。

(URL は 2009 年 8 月 20 日最終確認)

文 献

- 1) ISO Guide 34 (JIS Q0034: 標準物質生産者の能力に関する一般要求事項), General requirements for the competence of reference material producers (2000).
- 2) ISO Guide 31 (JIS Q0031: 標準物質—認証書及びラベルの内容), Reference materials—Contents of certificates and labels (2000).
- 3) ISO/IEC 17025 (JIS Q17025: 試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項), General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (2005).
- 4) 独立行政法人製品評価技術基盤機構 HP, http://www.rminfo.nite.go.jp (2009年8月20日, 最終確認)
- 5) COMAR HP, http://www.comar.bam.de/en/ (2009年8月20日, 最終確認)
- 6) JIS M8115, 粗金銀地金中の金及び銀の定量方法 (1999).
- 7) JIS H1183, 銀地金の発光分光分析方法 (2007).

〔JFE テクノリサーチ株式会社多分析・材料事業部 井田 巖〕
〔三菱マテリアル株式会社開発・マーケティング部門 林部 豊〕