

日本伸銅協会技術標準

分析用標準試料調製手順

この手順は、銅及び銅合金展伸材の化学分析用及び機器分析用標準試料の調製に適用する。

1. 標準試料用素材の調製

- (1) 調製しようとする試料の組成に合わせて鋳塊を作製し、組成が均一と考えられる部分を取り出し、鍛造、展伸等を行って最終的な標準試料の形状を得るに適した形状(板、条、棒、線など)に成形する。
- (2) 調製しようとする標準試料の組成が商用材種と同じ場合には、製造工程途中にある適当な形状のもの(板、条、棒、線など)から組成が均一と考えられる部分を採取する。
- (3) 調製すべき素材の形状、寸法及び量は、調製の都度、日本伸銅協会分析委員会(以下、分析委員会という)で決める。

2. 偏析試験

- (1) 1で調製した素材について、標準値を決定しようとする成分の偏析の有無を調べる。
- (2) 素材が条、棒、線などの長尺材の場合には長手方向について、また、板、条などの幅広材の場合には縦横両方向について、偏析の有無を調べる。
- (3) 試験片は偏析を調べるのに最も適当と考えられる10以上の箇所から採取する。採取した試験片には採取した位置がわかるようにナンバーを付ける。
- (4) 試験片の分析は原則として素材提供会社が

行う。

- (5) 試験片の分析に当たっては、定量しようとする成分に最も適した定量方法を一つ選定し、採取した全試験片の分析を同時に並行実験数2($N_p = 2$)で行う(蛍光X線法、発光分光分析法などの機器分析法を用いる場合には、測定時の系統誤差をさけるため、試験片の採取箇所と測定順序の関係はランダムになるようにして測定する)。

なお、試験片の分析に用いる分析方法の選定は、分析委員会が行う。

- (6) 分析結果は一元配置の分散分析を行い、偏析の有無を調べる(並行実験間のバラツキで試験片間のバラツキをF検定する)。

3. 偏析試験結果の報告と偏析の有無の判定

- (1) 素材提供会社は2で行った偏析試験結果(1で調製した素材の形状、試験片採取位置、試験片のナンバー、定量方法、分散分析の結果)を分析委員会に報告する。但し、成分の定量値(含有率)は6の共同実験終了後までは報告せず、成分のおおよその含有率がわかるようにある幅をもった範囲で示すものとする。
- (2) 分析委員会は3(1)の報告にもとづき、偏析の有無、及び1で調製した素材が標準試料用素材として適当かどうかを判定する。

- (3) 標準試料用素材として適当と判定された場合には、4以降の作業を行い、標準試料用素材として不適当と判定された場合には、1(1)～3(2)の作業を繰り返す。

4. 標準試料の成形と混合

- (1) 1で調製した素材の切削、切断、等を行って、標準試料として領布する時の形状に成形し、縮分法、その他適当な方法を用いてよく混合する(形状がチップ状のものは、切削時の粉はできるかぎり除去する)。但し、デスク試料の場合には、混合せずに採取位置がわかるようにナンバーを付ける。
- (2) 領布する標準試料の形状、寸法及び量は、調製の都度、分析委員会で決める。

5. 均質性試験

- (1) 4(1)で得られた標準試料を分析して均質性を調べる。但し、分析委員会が認めた場合は偏析試験の結果を均質性の判定に用いることができる。(この場合、偏析試験における試験片は均質性が調べられる位置より採取する。)
- (2) 均質性試験は原則として素材提供会社が行う。
- (3) 均質性試験のための試料は、4(1)で成形した標準試料がチップ状の場合には縮分法により、また、板(箔)状、線状などの場合にはランダムに、いずれも10以上の試料を採取する。
- (4) 均質性試験は2(5)～(6)と同様に行う。
- (5) 均質性試験結果の報告と均質性の判定は3と同様に行う。

6. 標準値決定のための分析と分析値の統計的処理

- (1) 4(1)で得られた標準試料を共同実験参加各分析所(素材提供会社も含む)で分析する。

- (2) 分析試料は4(1)で成形した標準試料からランダムに採取する。
- (3) 分析は、各成分ごとにあらかじめ分析委員会で決定した2以上の方法(適当な方法が2以上ない場合には1方法でもやむをえない)により、並行実験数2($N_p = 2$)で行う。
- (4) 分析結果は定められた書式にしたがい、日本伸銅協会事務局(以下、事務局という)に送付する(素材提供会社は、3(1)で報告を保留していた定量値を同時に送付する)。

事務局は共同実験参加全事業所の全分析値が集計された時点で集計結果を分析委員会に提出する。

7. 標準値の決定

- (1) 6(4)で集計された分析値について、異常値の有無、分析方法間の偏りの有無、などの統計的検定を行う。
- (2) 分析委員会は、統計的検定結果、均質試験結果等をもとに審議を行い、最も妥当と考えられる標準値を決定する。
- (3) 標準値の決定にあたり必要と判断された場合には、再分析を行う。
- (4) 審議の結果、標準値を決定するのは不適当と判断された場合には、参考値などによる表示を考慮する。

制 定：昭和61年6月5日

審議機関：日本伸銅協会 技術常任委員会
規格委員会

原案作成：分析委員会