開発成果報告書

汎用マグネシウム合金
認証標準物質

JSAC 0151
JSAC 0152
JSAC 0153
JSAC 0154

2020 年 8 月

公益社団法人　日本分析化学会

目 次

ページ

１．はじめに・・・

１．はじめに

マグネシウムおよびその合金は，軽量化ニーズの高い自動車をはじめとする輸送分野や電子機器分野において使用されている実用金属中で最軽量の金属材料である。

特に，自動車，鉄道車両，航空機といった輸送分野では，低環境負荷への意識の高まりや，省エネルギー化へ向けた燃費改善という大きな課題があり，その対策の一つとして軽量化へのニーズが高まっている。軽量化への対応として，マルチマテリアル化など様々な手段が検討される中，マグネシウムの適用が考えられることは当然のことであり，最近では高強度合金，高耐熱合金，難燃性合金といった材料開発が活発に進められている。一方で，マグネシウムは低耐食性という面もあるが，人体必須元素であることから生体吸収材料として医療分野においても注目されており，製品開発へ向けた研究開発が活発し始めている。

このように幅広い分野で注目されているマグネシウムであるが，需要量の関係もあり，世界的に見ても鉄鋼やアルミニウムに比べ標準物質の整備は遅れている。各分野への適用へ向けた開発が活発に行われ，添加元素や不純物のコントロールが益々重要となるマグネシウムにおいて，我が国において認証標準物質が整備されることが重要である。

日本分析化学会は，マグネシウム合金の微量成分などの分析時への適用を目的とした汎用マグネシウム合金標準物質 JSAC 0151, JSAC 0152, JSAC 0153 及び JSAC 0154 を開発した。汎用マグネシウム合金中の成分分析における機器の校正及び分析結果のバリデーションに使用することを目的としたものである。

マグネシウム標準物質作製委員会（表 1）を組織し，標準物質候補試料を作製後，均質性試験及び共同実験を行い,分析結果について十分精査して共同実験の結果を統計処理し，認証値を決定した。目標成分数は 18 とした。

表 1　　マグネシウム標準物質作製委員会

	氏　　名	所　　属
委員長	上本　道久	明星大学
委　員	菊池　鉄男	中央工産(株)
委　員	佐々木美波	不二ライトメタル(株)
委　員	駒井　浩	(一社) 日本マグネシウム協会
委　員	中村　利廣	明治大学　名誉教授
委　員	川田　哲	(国研) 物質・材料研究機構
委　員	野呂　純二	(株)日産アーク
委　員	藤本　京子	ＪＦＥテクノリサーチ(株)
委　員	板橋　大輔	日本製鉄(株)
委　員	小沢　洋	三菱マテリアル(株)
事務局	柿田　和俊	(公社)日本分析化学会
事務局	小島　勇夫	(公社)日本分析化学会
事務局	大澤　隆雄	(公社)日本分析化学会

共同実験参加試験所は過去の共同実験や技能試験における実績及び分析業務の専門性などを考慮して標準物質作製委員会でリストを作成し,参加案内状を送付する形で選定した。参加した試験機関は 17 機関である。

2. 標準物質候補の作製

2.1 試料の作製

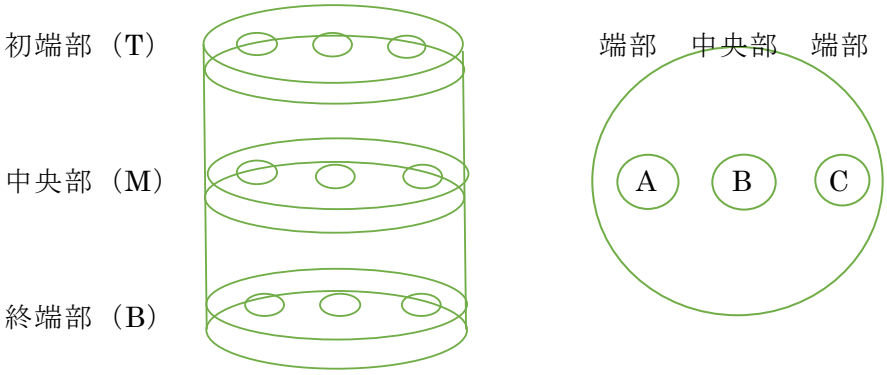
不二ライトメタル（株）にて，JIS H 4203 [文献 1)] / ISO 3116 [文献 2)]に準拠した, JSAC 0151 用試料として，Al を 3 % と Zn を 1 % 含むマグネシウム合金を連続鋳造で作製したビレット，JSAC 0152 用試料として Al を 6 % と Zn を 1 % 含むマグネシウム合金を連続鋳造で作製したビレット，JSAC 0153 用試料として，Al を 9 % と Zn を 1 % 含むマグネシウム合金を金型鋳造で作製したビレット，JSAC 0154 用試料として，Al を 6 % と Zn，Mn を 微量含むマグネシウム合金を連続鋳造で作製したビレットを購入した。それぞれのビレットは，直径 177 mm，長さ 400 mm である。

これらのビレットを押し出し加工によりそれぞれ直径 50 mm ，長さ 5000 mm の丸棒にし，直径 50 mm ，厚さ 20 mm の製品を各々，240 個切り出した。共同実験用には，チッピング加工のため，ディスク面に直角にボーリングした。その際，あらかじめドリル（直径 10 mm 以下）をエタノールなどで清浄にしておいて，微粉末切粉は発火性があるので注意し，切粉が酸化しない程度の力を与えてボーリングを行った。

2.2 均質性確認

作製した製品のうち，下図のように、押し出し加工の初端部（T），中央部（M）及び終端部（B）から 3 試料を取り出した。

（押し出し加工の長手方向分析位置）　　（ディスク内分析位置）



ディスクの中央部と端部 2 か所をドリル(直径 10 mm 以下)でチッピングし加工し，真空封入後、均質性試験機関へ送付した。極力高温・高湿を防ぎ（室温 30℃、湿度 70%を超えないことを目標とする)，製品の品質に影響を及ぼさないよう空調室に保管した。均質性確認機関において，誘導結合プラズマ発光分光分析法で試料を 2 回分析し，均質性を確認した。その結果を表 2 に示した。図 1 に均質性試験結果のグラフを示した。

統計検査手順は ISO 13528:2015 [文献 4)] に準拠した。瓶内標準偏差 s_r，瓶間標準偏差 s_b 及び合成標準偏差 s_{b+r} は，ISO 13528：2015 ではそれぞれ s_w ，s_s 及び $s_{s,w}$ に相当す

る。表 3 に分散分析結果 s_r，s_{b+r} 及び s_b を示す。瓶内標準偏差 s_r と s_{b+r} に含まれる標準偏差分はデータ数が少ない場合は等しいとは限らない。従って実際の瓶間標準偏差が小さいと s_b^2 がマイナスになる時がある。この時はその絶対値の平方根に負号を付け s_b とする（黄色シャドー）。表 3 において，試料番号（T,M,B）では各々の部位内での均質性分散分析を示し，TMB 平均では 2 回分析の平均値を用いた T，M，B 間の均質性分散分析を示す(表 3 下部の図参照)。分散分析の結果は、黄色シャドーを施した s_b^2 がマイナスになるものが多く、分散分析ができないほどばらつきは小さいといえる。一方、Si，Mn，Ni，Zn，Pb などは図 1 のグラフ及び表 1 の s_b 値から長手方向に有意差が見られる。

高純度候補標準物質も含め、各品種についてその 18 個の分析値の平均値と標準偏差及び相対標準偏差との関係を図 2，3 に示す。試料分析値の平均値が小さくなると標準偏差は小さくなるが、相対標準偏差は大きくなる傾向がある。

AZ91(JSAC0153)及び AM60(JSAC0154)については、中央部から採取した試料内の成分分布を蛍光 X 線分析法にて調査した。

さらに，中央部からは ISO/TS 15338:2009 [文献 3)]に記載の報告形式にしたがい，グロー放電質量分析法による 77 元素の定量を行った。GD-MS によるデータは本報告書には掲載しないが，詳細なデータは事務局にて保存している。

丸棒試料の面内及び長手方向のばらつきは、共同実験において、長手方向全長から均等に試料を採取することにより、所間標準偏差のばらつきの中に含まれる。

3. 共同実験

3.1 共同実験内容

委員会で検討した共同実験要領（付属資料 3 参照）は次の通りである。

(1) 共同実験を行う試料は，マグネシウムチッピング試料各 10 g である。

内訳：汎用マグネシウム　4 種

AZ31　(Al 3 %,Zn1 %)，AZ61　(Al 6 %,Zn1 %)

AZ91　(Al 9 %,Zn1 %)，AM60　(Al 6 %, Mn<1%)

(2) 分析種は，Li, Be, Al, Si, Ca, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Se, Zr, Pd, La, Ce 及び Pb の 18 成分とする。

(3) 分析方法は指定しない。

＊参考として,誘導結合プラズマ発光分光分析法については JIS K 0116 [文献 5)]に準拠し，サンプリングや試料処理ついては，JIS H 1331 [文献 6)]及びその引用規格に準拠するとした。

(4) 共同実験参加試験所における分析方法選択の参考のために，分析種の概略濃度を添付する。

(5) 1 試料について 2 個の分析を行う。2 個の分析は試料を同時に採取し，一連の分析作業を併行（並行）して行う。報告数値の桁数は，有効数字 5 桁目を四捨五入して 4 桁とする（統計処理上）。

3.2 共同実験参加試験機関

共同実験に参加した試験機関は次の 17 機関である。（五十音順）

・イビデンエンジニアリング株式会社
・地方独立行政法人神奈川県立産業技術総合研究所
・権田金属工業株式会社
・三協立山株式会社 三協マテリアル社
・ＪＦＥテクノリサーチ株式会社
・株式会社島津テクノリサーチ
・中央工産株式会社
・ＴＤＫ株式会社
・株式会社戸畑製作所
・名古屋市工業研究所　材料技術部　環境技術研究室
・名古屋市工業研究所　材料技術部　金属表面技術研究室
・日産アーク株式会社
・一般社団法人日本海事検定協会
・日本金属株式会社
・不二ライトメタル株式会社
・ミツミ電機株式会社
・株式会社リガク

4. 分析結果及びその統計的評価（認証値の決定及び不確かさの計算）

4.1 報告データ

共同実験参加試験機関に均質性試験機関を含めた 18 機関から報告された分析結果を表 4，表 5 ，表 6 及び表 7 に示す。

汎用マグネシウム合金 AZ31 の結果は認証標準物質 JSAC 0151 に対応する。
汎用マグネシウム合金 AZ61 の結果は認証標準物質 JSAC 0152 に対応する。
汎用マグネシウム合金 AZ91 の結果は認証標準物質 JSAC 0153 に対応する。
汎用マグネシウム合金 AM60 の結果は認証標準物質 JSAC 0154 に対応する。

4.2 スミルノフ・グラブス法による異常値の棄却

共同実験結果の評価においてはまず，異常値を見分け，それを除いたのち，平均値や標準偏差などを求める。この共同実験結果の統計計算においては，はじめに全データから平均値，中央値，不確かさ，標準偏差，*NIQR* などを求め，それらを用いて各機関報告値についてまず**スミルノフ・グラブス法による** G-score を計算し，99%信頼の水準における外れ値を検定し，その絶対値が対応値以上になったものを異常値とみなし，さらに委員会で総合的に判断してそれらを除いてからあらためて同じ項目の統計計算を行った。

スミルノフ・グラブス法による G-score は各試験機関報告値の，全体の平均値からの隔たりを標準偏差で除した値であり，下式で表される。

G =（試験機関の報告値－試験機関の報告値の平均値）÷ 標準偏差

ここに算出された各試験機関報告値の G-score は表 8，表 9，表 10 及び表 11 の報告値の下欄に記入した。黄色シャドーの値は 1 回目の**グラブス**検定での外れ値，茶色シャドーの値は 2 回目の**グラブス**検定での外れ値を示す。

判定に用いられた表の数値は ISO 5725－2:1994 [文献 7)] 8 Statistical tables (Table 5-Critical values of Grubbs test) から引用した。

表 2　均質性試験結果

汎用マグネシウム合金 AZ31　JSAC 0151

MgAl3Zn1	成分名	Al		Si		Mn		Fe		Ni		Cu		Zn		Ca		Ga		Ge		Se		Pb	
・長手方向	単位	%		ppm		%		ppm		ppm		ppm		%		ppm		ppm		ppm		ppm		ppm	
T:トップ	試料位置－面	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
M:中央	T -A	3.28	3.33	188.4	193.0	0.467	0.477	40.35	40.58	2.07	2.02	2.924	2.980	0.784	0.800	1.17	1.07	4.96	5.13	5.69	5.70	3.39	3.84	4.25	3.83
B:ボトム	T -B	3.26	3.29	184.3	186.5	0.483	0.488	42.10	42.96	2.03	1.91	2.882	2.875	0.777	0.781	1.04	1.15	4.97	5.05	5.26	5.57	1.74	2.53	3.77	3.42
・面内	T-C	3.26	3.31	191.1	190.9	0.459	0.465	36.94	36.88	2.00	1.89	2.977	3.005	0.781	0.794	1.12	0.99	5.01	5.18	5.31	4.75	3.46	3.09	3.49	3.69
A:端 1	M-A	3.29	3.32	188.7	197.1	0.477	0.480	40.05	40.47	1.83	1.89	2.895	3.034	0.789	0.795	1.24	1.25	5.03	5.18	5.13	5.67	3.33	3.11	3.66	3.34
B:中心	M-B	3.30	3.28	193.3	186.8	0.482	0.480	40.44	39.87	1.92	1.82	2.977	2.963	0.788	0.783	1.04	1.07	5.20	5.05	5.40	4.92	3.06	2.35	3.79	3.47
C:端 2	M-C	3.29	3.29	186.2	187.8	0.467	0.469	36.11	37.64	1.76	1.72	2.963	2.991	0.789	0.785	1.07	1.25	5.11	5.01	5.65	6.10	2.12	2.85	3.50	3.22
	B-A	3.26	3.32	191.2	190.8	0.462	0.469	35.31	36.05	1.71	1.75	2.962	3.007	0.782	0.793	1.45	1.06	5.09	5.16	5.16	4.98	1.82	3.16	3.19	3.35
	B-B	3.26	3.28	180.1	180.7	0.487	0.488	40.46	39.40	1.78	1.73	2.950	2.906	0.777	0.781	1.12	1.02	4.91	4.87	6.01	5.89	2.57	2.03	3.31	3.45
	B-C	3.27	3.30	187.1	186.5	0.471	0.474	36.77	36.28	1.69	1.68	2.979	2.936	0.784	0.788	0.99	1.03	5.09	4.94	5.23	5.61	3.08	2.56	3.30	3.43

汎用マグネシウム合金 AZ61　JSAC 0152

MgAl6Zn1	成分名	Al		Si		Mn		Fe		Ni		Cu		Zn		Li		Ga		Ge		Se		La		Pb	
・長手方向	単位	%		ppm		%		ppm		ppm		ppm		%		ppm		ppm		ppm		ppm		ppm		ppm	
T:トップ	試料位置－面	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
M:中央	T -A	6.73	6.75	102.8	102.7	0.377	0.378	27.16	29.35	2.58	2.69	3.959	4.037	0.922	0.926	1.11	1.15	11.1	11.2	6.65	6.70	1.93	3.66	0.406	0.394	1.90	2.30
B:ボトム	T -B	6.61	6.56	97.6	95.6	0.390	0.387	32.80	27.38	2.62	2.71	3.847	3.737	0.904	0.894	1.16	1.14	10.6	10.5	5.82	6.03	2.87	2.12	0.396	0.378	2.07	2.19
・面内	T-C	6.65	6.67	99.7	99.8	0.385	0.387	27.64	27.63	2.57	2.61	3.968	3.953	0.912	0.917	1.16	1.16	10.8	10.9	6.95	6.00	2.70	3.59	0.398	0.423	1.81	2.13
A:端 1	M-A	6.68	6.53	99.9	97.6	0.384	0.375	27.41	26.84	2.54	2.53	3.986	3.885	0.916	0.896	1.19	1.14	10.9	10.7	5.17	6.40	1.34	3.68	0.411	0.401	2.21	2.04
B:中心	M-B	6.60	6.58	94.3	95.4	0.396	0.395	28.09	27.53	2.50	2.45	3.775	3.732	0.896	0.894	1.18	1.20	10.4	10.4	5.76	5.62	1.44	3.46	0.373	0.369	1.86	1.67
C:端 2	M-C	6.65	6.71	97.6	97.7	0.379	0.382	25.92	26.34	2.43	2.43	3.954	4.000	0.916	0.923	1.23	1.26	10.8	10.9	6.43	6.51	1.75	2.67	0.395	0.396	1.74	2.00
	B-A	6.71	6.73	106.8	104.1	0.380	0.381	34.33	36.07	3.20	3.15	3.791	3.663	0.923	0.923	0.85	0.87	11.2	10.8	6.66	6.37	2.67	4.42	0.408	0.379	2.51	2.74
	B-B	6.61	6.64	107.2	106.2	0.409	0.411	36.21	33.26	3.28	3.38	3.724	3.783	0.894	0.899	0.91	0.87	11.0	11.3	6.71	6.64	2.51	3.35	0.402	0.422	2.41	2.06
	B-C	6.66	6.72	105.9	107.4	0.384	0.389	33.23	33.99	3.54	3.39	3.751	3.827	0.912	0.922	0.87	0.89	11.2	11.1	7.03	6.78	3.76	2.16	0.409	0.403	2.61	2.04

汎用マグネシウム合金 AZ91　JSAC 0153

MgAl 9 Zn1	成分名	Al		Si		Mn		Fe		Ni		Cu		Zn		Be		Ga		Ge		Se		La		Ce		Pb		
・長手方向	単位	%		ppm		%		ppm		ppm		ppm		%		ppm		ppm		ppm		ppm		ppm		ppm		ppm		
T:トップ	試料位置－面	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	平均
M:中央	T -A	9.01	9.00	268.5	288.7	0.219	0.217	7.29	4.55	4.63	4.79	12.25	12.19	0.730	0.729	7.42	8.66	11.1	11.0	7.20	7.33	1.32	3.04	13.0	13.0	15.6	15.3	3.20	2.89	3.05
B:ボトム	T -B	8.97	9.07	356.9	319.0	0.287	0.303	9.38	8.64	5.56	5.51	12.08	12.11	0.719	0.728	17.78	15.66	11.1	11.1	6.72	6.80	4.34	1.97	12.9	13.0	15.2	15.4	3.62	3.32	3.47
・面内	T-C	8.79	8.75	266.7	270.0	0.224	0.216	3.22	2.63	4.57	4.51	11.67	11.85	0.705	0.706	7.53	7.33	10.8	10.8	8.12	7.00	2.10	1.36	12.5	12.6	14.7	14.9	2.87	2.64	2.76
A:端 1	M-A	8.78	8.75	292.1	315.3	0.269	0.255	3.80	5.16	4.68	4.86	11.50	11.57	0.698	0.703	10.11	12.03	10.5	10.6	7.18	7.03	4.02	2.11	12.4	12.4	14.7	14.8	3.12	3.20	3.16
B:中心	M-B	8.89	8.84	361.5	370.6	0.394	0.385	10.07	10.07	5.47	5.58	11.67	11.69	0.705	0.700	21.50	22.13	10.6	10.5	6.68	7.06	5.16	4.76	12.5	12.5	14.7	14.6	3.03	3.62	3.32
C:端 2	M-C	8.91	8.87	329.3	314.6	0.283	0.288	6.09	6.00	4.98	5.02	11.78	11.70	0.709	0.706	13.64	12.48	10.8	10.8	6.90	7.35	2.21	1.97	12.7	12.7	15.0	15.0	3.28	3.26	3.27
	B-A	8.88	8.93	263.7	265.1	0.243	0.246	2.30	2.33	4.56	4.66	11.90	12.02	0.713	0.716	7.47	7.59	10.9	11.0	6.73	7.49	2.53	2.82	12.8	12.9	15.1	15.3	3.05	3.33	3.19
	B-B	8.86	8.91	269.2	296.4	0.250	0.244	2.86	3.55	4.57	4.91	12.21	12.01	0.710	0.715	7.80	8.79	11.0	10.9	8.24	7.58	1.73	4.56	12.9	12.9	15.2	15.2	3.37	3.40	3.39
	B-C	8.88	8.93	294.3	316.9	0.226	0.221	3.03	5.04	4.70	4.76	11.98	11.83	0.713	0.719	7.74	9.31	11.0	10.9	7.10	8.31	1.49	4.03	12.9	12.8	15.2	15.2	2.94	3.57	3.25

汎用マグネシウム合金 AM60　JSAC 0154

MgAl6Mn	成分名	Al		Si		Mn		Fe		Ni		Cu		Zn		Ga		Ge		Se		Pb	
・長手方向	単位	%		ppm		%		ppm		ppm		ppm		%		ppm		ppm		ppm		ppm	
T:トップ	試料位置－面	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
M:中央	T -A	6.12	6.13	278.69	278.12	0.297	0.297	15.00	13.72	5.54	5.48	7.569	7.438	0.0141	0.0139	11.8	11.8	6.63	6.60	1.40	2.40	13.0	12.6
B:ボトム	T -B	6.08	6.11	284.53	285.57	0.316	0.316	15.58	14.85	5.59	5.59	7.445	7.420	0.0135	0.0140	11.8	11.7	5.91	5.94	2.61	3.74	12.9	12.9
・面内	T-C	6.14	6.20	280.75	279.09	0.298	0.299	13.53	12.67	5.61	5.48	7.485	7.537	0.0139	0.0140	11.8	11.7	6.51	6.16	3.45	2.76	12.7	12.8
A:端１	M-A	6.22	6.13	278.45	277.73	0.294	0.290	11.47	11.00	5.59	5.38	7.514	7.493	0.0140	0.0139	11.8	11.7	6.81	6.80	1.95	3.57	12.5	12.8
B:中心	M-B	6.03	5.98	276.78	273.27	0.309	0.309	13.29	14.53	5.51	5.26	7.255	7.081	0.0134	0.0135	11.5	11.2	6.34	6.15	1.78	3.75	12.5	12.7
C:端２	M-C	6.15	6.12	272.93	283.09	0.303	0.303	12.19	12.66	5.74	5.60	7.558	7.521	0.0141	0.0136	11.8	11.8	5.35	6.51	3.67	2.22	12.7	12.8
	B-A	6.21	6.13	287.32	282.51	0.303	0.303	13.82	12.38	5.66	5.53	7.642	7.485	0.0142	0.0140	11.9	11.7	5.51	5.50	3.55	3.05	12.6	12.5
	B-B	6.03	6.04	275.82	275.18	0.325	0.325	14.17	14.23	5.38	5.42	7.271	7.235	0.0135	0.0137	11.4	11.5	6.03	6.37	2.00	2.39	12.2	12.5
	B-C	6.16	6.13	283.19	283.25	0.297	0.294	12.28	11.96	5.85	5.44	7.692	7.572	0.0140	0.0140	12.1	11.9	6.11	5.89	3.63	3.87	12.8	12.9

● 丸棒から切り出したディスク面内分析位置

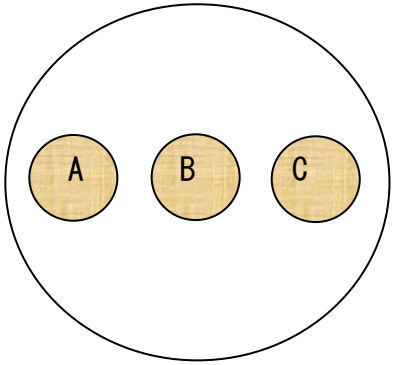
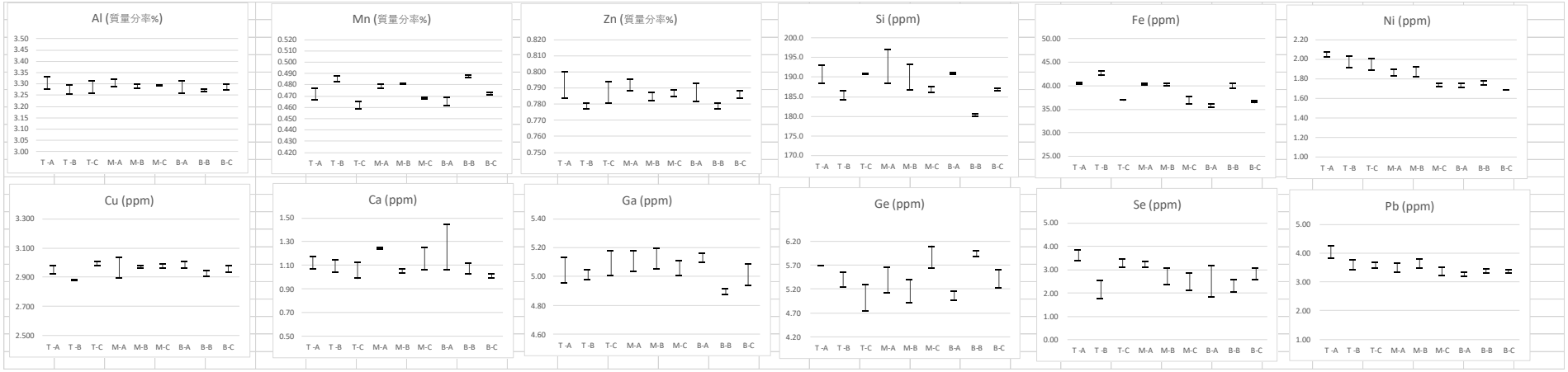
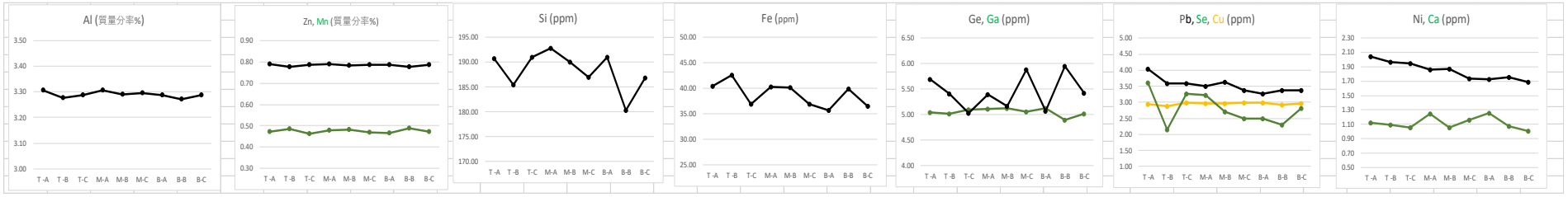


図１　均質性試験結果グラフ

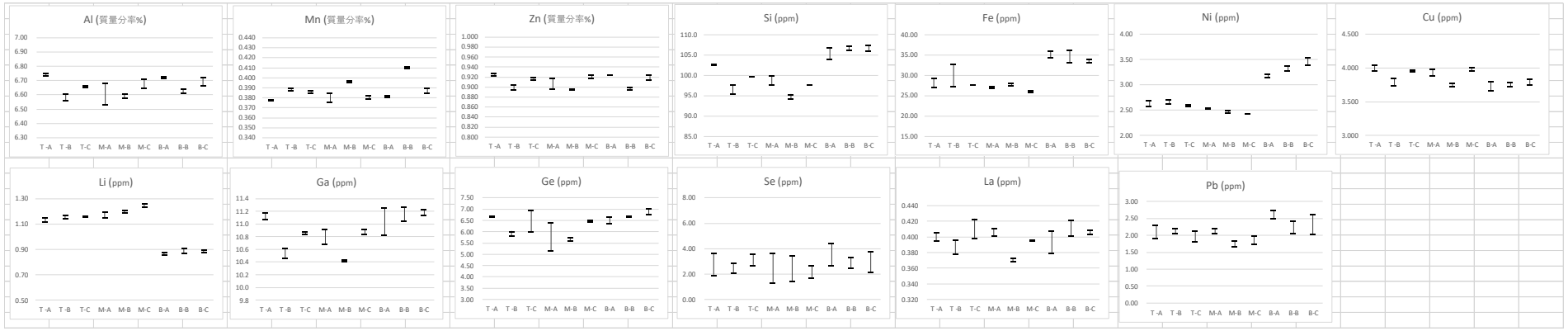
汎用マグネシウム合金 AZ31　JSAC 0151



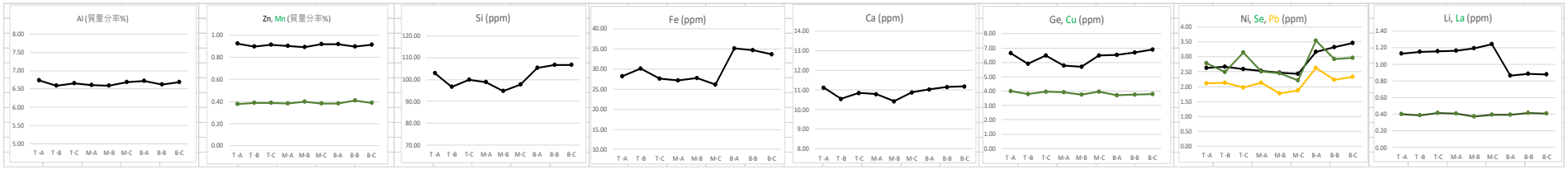
＊下図は２回分析の平均を示している。



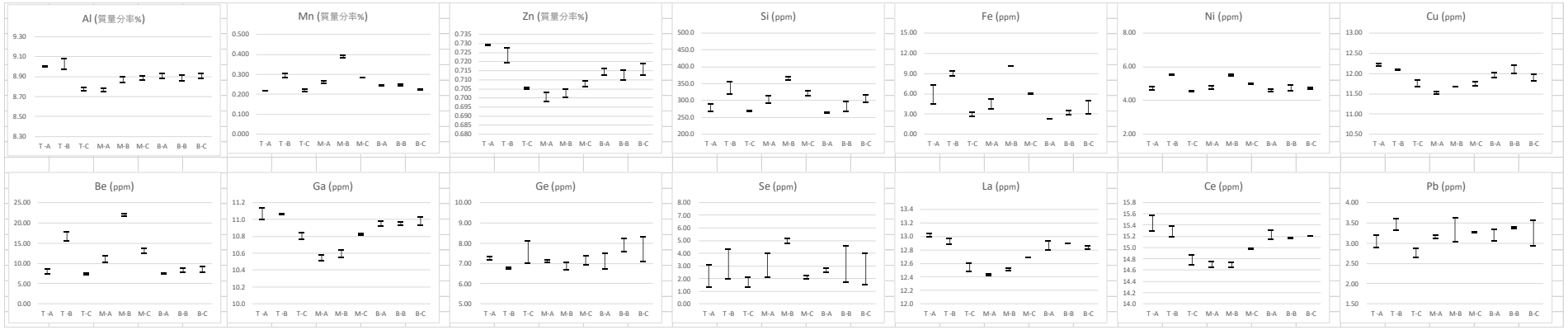
汎用マグネシウム合金 AZ61　JSAC 0152



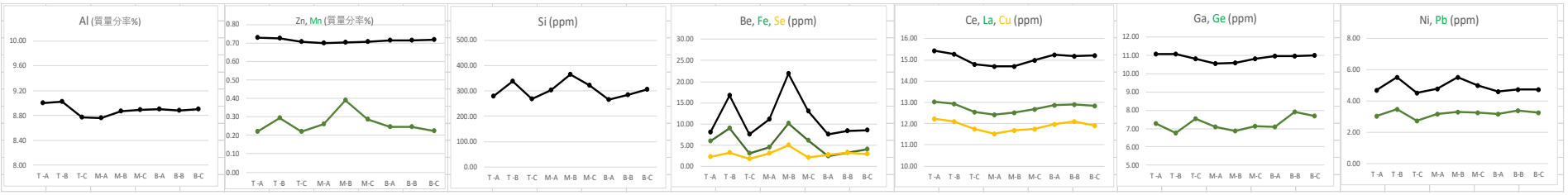
＊下図は 2 回分析の平均を示している。



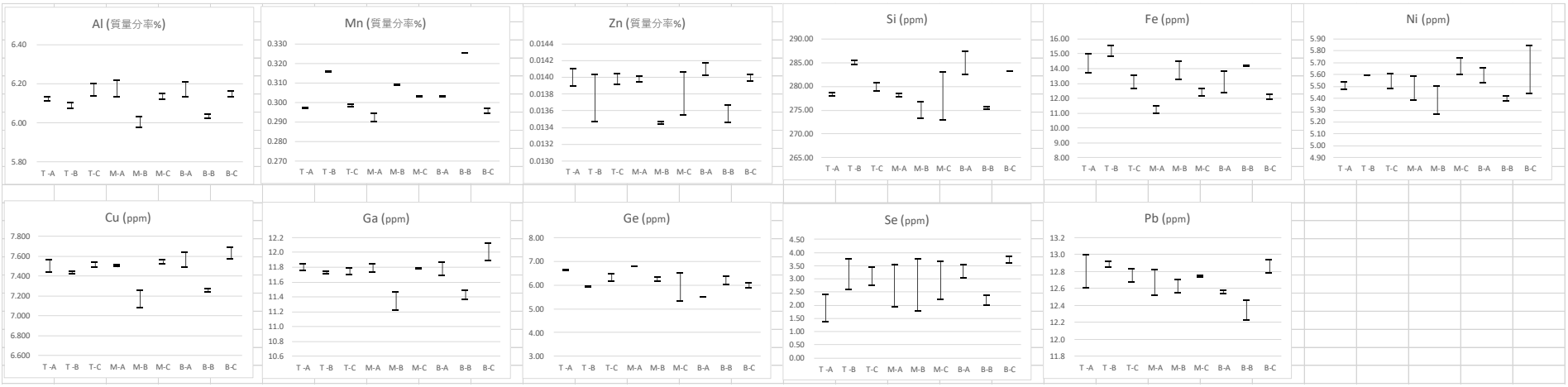
汎用マグネシウム合金 AZ91　JSAC 0153



＊下図は 2 回分析の平均を示している。



汎用マグネシウム合金 AM60　JSAC 0154



＊下図は 2 回分析の平均を示している。

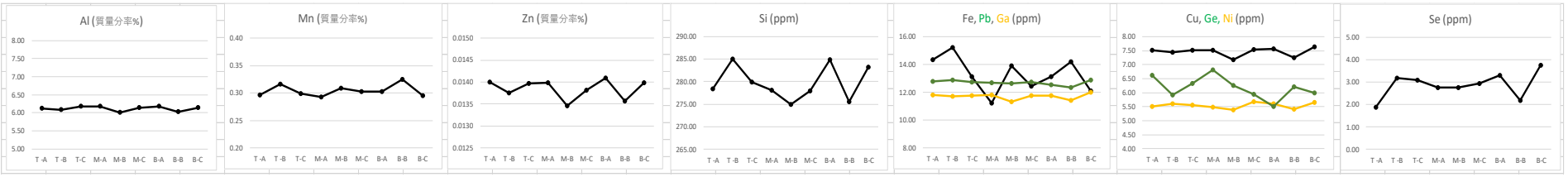


表 3　均質性試験分散分析結果　（s_r，s_{b+r} 及び s_b の結果）

汎用マグネシウム合金 AZ31 (JSAC 0151)

	成分名	Al		Si		Mn		Fe		Ni		Cu		Zn		Ca		Ga		Ge		Se		Pb	
	単位	%		ppm		%		ppm		ppm		ppm		%		ppm		ppm		ppm		ppm		ppm	
試料番号		標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD
T (001)	平均値	3.29		189.029		0.473		39.9665		1.99		2.94032		0.786		1.09		5.05		5.38		3.01		3.74	
	Sr	0.036	1.11%	2.08456	1.10%	0.0051	1.07%	0.36451	0.91%	0.070	3.53%	0.0258391	0.88%	0.0088	1.11%	0.083	7.60%	0.106	2.10%	0.26	4.84%	0.40	13.2%	0.24	6.33%
	Sb+r	0.030	0.91%	3.45245	1.83%	0.0123	2.59%	2.85389	7.14%	0.072	3.64%	0.0598751	2.04%	0.0091	1.15%	0.067	6.17%	0.086	1.69%	0.38	7.10%	0.82	27.3%	0.31	8.24%
	Sb	-0.021	-0.63%	2.75209	1.46%	0.0112	2.36%	2.83052	7.08%	0.017	0.88%	0.0540126	1.84%	0.0024	0.30%	-0.048	-4.43%	-0.063	-1.24%	0.28	5.19%	0.72	23.9%	0.20	5.28%
M (122)	平均値	3.30		189.97		0.476		39.0966		1.82		2.97060		0.788		1.15		5.10		5.48		2.80		3.50	
	Sr	0.014	0.44%	4.39453	2.31%	0.0016	0.33%	0.68941	1.76%	0.051	2.82%	0.0582315	1.96%	0.0037	0.47%	0.075	6.54%	0.094	1.85%	0.35	6.37%	0.42	15.1%	0.22	6.15%
	Sb+r	0.014	0.41%	4.27942	2.25%	0.0070	1.47%	1.98537	5.08%	0.083	4.57%	0.0416069	1.40%	0.0044	0.56%	0.108	9.40%	0.075	1.47%	0.44	8.06%	0.48	17.1%	0.20	5.79%
	Sb	-0.005	-0.16%	-0.99924	-0.53%	0.0068	1.43%	1.86183	4.76%	0.066	3.60%	-0.0407404	-1.37%	0.0024	0.30%	0.078	6.75%	-0.057	-1.12%	0.27	4.95%	0.23	8.1%	-0.07	-2.06%
B (240)	平均値	3.28		186.074		0.475		37.3803		1.72		2.95657		0.784		1.11		5.01		5.48		2.53		3.34	
	Sr	0.025	0.77%	0.37568	0.20%	0.0033	0.69%	0.56247	1.50%	0.027	1.58%	0.0311235	1.05%	0.0051	0.65%	0.17	14.9%	0.07	1.36%	0.18	3.23%	0.63	24.7%	0.098	2.93%
	Sb+r	0.020	0.61%	5.37236	2.89%	0.0115	2.43%	2.28415	6.11%	0.041	2.36%	0.0357691	1.21%	0.0057	0.73%	0.17	15.5%	0.13	2.52%	0.46	8.37%	0.51	20.3%	0.092	2.76%
	Sb	-0.015	-0.47%	5.35921	2.88%	0.0111	2.33%	2.21381	5.92%	0.030	1.75%	0.0176282	0.60%	0.0026	0.33%	0.05	4.5%	0.11	2.12%	0.42	7.72%	-0.36	-14.0%	-0.033	-1.00%
TMB平均	平均値	3.29		188.357		0.475		38.8145		1.84		2.95583		0.786		1.12		5.05		5.45		2.78		3.53	
	Sr	0.012	0.35%	3.96635	2.11%	0.0102	2.15%	2.36935	6.10%	0.057	3.08%	0.0368870	1.25%	0.0050	0.64%	0.09	8.3%	0.07	1.46%	0.38	7.04%	0.52	18.7%	0.172	4.88%
	Sb+r	0.012	0.37%	3.82378	2.03%	0.0085	1.78%	2.33974	6.03%	0.140	7.62%	0.0337157	1.14%	0.0045	0.58%	0.08	7.4%	0.07	1.46%	0.32	5.85%	0.49	17.5%	0.247	7.00%
	Sb	0.003	0.10%	-1.05389	-0.56%	-0.0057	-1.20%	-0.37342	-0.96%	0.128	6.96%	-0.0149633	-0.51%	-0.0022	-0.28%	-0.04	-3.9%	0.00	-0.09%	-0.21	-3.92%	-0.18	-6.6%	0.177	5.02%

汎用マグネシウム合金 AZ61 (JSAC 0152)

	成分名	Al		Si		Mn		Fe		Ni		Cu		Zn		Li		Ga		Ge		Se		La		Pb	
	単位	%		ppm		%		ppm		ppm		ppm		%		ppm		ppm		ppm		ppm		ppm		ppm	
試料番号		標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD
T (001)	平均値	6.66		99.703		0.384		28.6584		2.63		3.91684		0.913		1.15		10.8		6.36		2.81		0.399		2.07	
	Sr	0.021	0.32%	0.84042	0.84%	0.0016	0.42%	2.38669	8.33%	0.061	2.32%	0.055183	1.41%	0.0048	0.53%	0.017	1.49%	0.08	0.72%	0.40	6.28%	0.85	30.2%	0.014	3.39%	0.22	10.5%
	Sb+r	0.079	1.18%	3.14458	3.15%	0.0060	1.56%	2.11461	7.38%	0.059	2.24%	0.116532	2.98%	0.0130	1.42%	0.019	1.68%	0.29	2.69%	0.48	7.54%	0.68	24.3%	0.015	3.78%	0.18	8.5%
	Sb	0.076	1.14%	3.03019	3.04%	0.0058	1.50%	-1.10667	-3.86%	-0.016	-0.60%	0.102638	2.62%	0.0121	1.32%	0.009	0.78%	0.28	2.59%	0.26	4.17%	-0.50	-17.9%	0.007	1.68%	-0.13	-6.1%
M (122)	平均値	6.62		97.069		0.385		27.0199		2.48		3.88867		0.907		1.20		10.7		5.98		2.39		0.391		1.92	
	Sr	0.066	0.99%	1.02595	1.06%	0.0039	1.02%	0.368185	1.36%	0.0208	0.84%	0.048271	1.24%	0.0088	0.97%	0.024	1.97%	0.10	0.97%	0.51	8.46%	1.32	55.2%	0.005	1.16%	0.15	7.6%
	Sb+r	0.066	1.00%	2.14297	2.21%	0.0096	2.49%	0.885968	3.28%	0.0570	2.30%	0.123813	3.18%	0.0139	1.53%	0.042	3.46%	0.25	2.38%	0.56	9.30%	0.95	39.6%	0.018	4.72%	0.21	11.1%
	Sb	0.007	0.11%	1.88141	1.94%	0.0088	2.27%	0.805841	2.98%	0.0530	2.14%	0.114016	2.93%	0.0108	1.19%	0.034	2.84%	0.23	2.18%	0.23	3.86%	-0.92	-38.4%	0.018	4.58%	0.15	8.1%
B (240)	平均値	6.68		106.275		0.393		34.5134		3.32		3.75656		0.91		0.88		11.1		6.70		3.14		0.404		2.40	
	Sr	0.028	0.41%	1.34050	1.26%	0.002	0.59%	1.43310	4.15%	0.08	2.32%	0.0650924	1.73%	0.0045	0.50%	0.019	2.15%	0.20	1.79%	0.16	2.40%	1.02	32.6%	0.014	3.53%	0.29	12.2%
	Sb+r	0.052	0.78%	1.18682	1.12%	0.016	3.98%	1.30293	3.78%	0.15	4.65%	0.0555374	1.48%	0.0144	1.58%	0.018	2.10%	0.16	1.45%	0.23	3.39%	0.80	25.6%	0.014	3.40%	0.29	12.1%
	Sb	0.044	0.66%	-0.62321	-0.59%	0.015	3.94%	-0.59678	-1.73%	0.13	4.04%	-0.0339501	-0.90%	0.0136	1.50%	-0.004	-0.43%	-0.12	-1.06%	0.16	2.39%	-0.64	-20.2%	-0.004	-0.95%	-0.03	-1.1%
TMB平均	平均値	6.65		101.0		0.387		30.0639		2.81		3.85402		0.91		1.07		10.9		6.34		2.78		0.398		2.13	
	Sr	0.059	0.89%	2.16882	2.15%	0.011	2.83%	1.00189	3.33%	0.092	3.29%	0.0951975	2.47%	0.0130	1.43%	0.025	2.30%	0.22	2.04%	0.35	5.53%	0.29	10.5%	0.014	3.42%	0.17	7.9%
	Sb+r	0.056	0.84%	5.06121	5.01%	0.010	2.61%	4.02354	13.38%	0.456	16.21%	0.1156047	3.00%	0.0111	1.22%	0.174	16.17%	0.28	2.59%	0.46	7.23%	0.45	16.0%	0.013	3.23%	0.28	13.1%
	Sb	-0.020	-0.30%	4.57298	4.53%	-0.004	-1.09%	3.89681	12.96%	0.446	15.88%	0.0655887	1.70%	-0.0068	-0.75%	0.172	16.01%	0.17	1.60%	0.30	4.65%	0.34	12.2%	-0.004	-1.11%	0.22	10.5%

汎用マグネシウム合金 AZ91 (JSAC 0153)

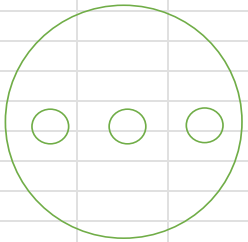
	成分名	Al		Si		Mn		Fe		Ni		Cu		Zn		Be		Ga		Ge		Se		La		Ce		Pb	
	単位	%		ppm		%		ppm		ppm		ppm		%		ppm		ppm		ppm		ppm		ppm		ppm		ppm	
試料番号		標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD
T (001)	平均値	8.93		294.961		0.244		5.95073		4.93		12.0245		0.014		10.7		11.0		7.19		2.35		12.8		15.2		3.09	
	Sr	0.045	0.51%	17.58154	6.0%	0.0072	3.0%	1.18161	19.9%	0.07	1.5%	0.074600	0.62%	0.0034	0.48%	1.01	9.4%	0.07	0.60%	0.46	6.41%	1.23	52.4%	0.06	0.50%	0.16	1.04%	0.20	6.4%
	Sb+r	0.143	1.60%	39.59150	13.4%	0.0443	18.1%	3.15404	53.0%	0.53	10.8%	0.243072	2.02%	0.0126	1.76%	5.25	48.9%	0.16	1.43%	0.52	7.20%	1.14	48.2%	0.26	2.02%	0.36	2.37%	0.38	12.4%
	Sb	0.135	1.52%	35.47361	12.0%	0.0438	17.9%	2.92434	49.1%	0.53	10.7%	0.231342	1.92%	0.0122	1.69%	5.15	48.0%	0.14	1.29%	0.24	3.28%	-0.48	-20.4%	0.25	1.95%	0.32	2.13%	0.33	10.6%
M (122)	平均値	8.84		330.557		0.312		3.18280		5.10		11.6515		0.704		15.31		10.7		7.04		3.37		12.5		14.8		3.25	
	Sr	0.031	0.35%	11.80512	3.57%	0.0071	2.3%	0.866516	27.2%	0.09	1.72%	0.042200	0.36%	0.003	0.43%	0.95	6.2%	0.05	0.47%	0.25	3.5%	0.80	23.8%	0.017	0.13%	0.06	0.40%	0.25	7.57%
	Sb+r	0.069	0.78%	33.11248	10.02%	0.0681	21.8%	1.056755	33.2%	0.39	7.66%	0.110368	0.95%	0.004	0.62%	5.76	37.6%	0.15	1.44%	0.23	3.2%	1.57	46.5%	0.128	1.02%	0.17	1.12%	0.19	5.92%
	Sb	0.062	0.70%	30.93664	9.36%	0.0677	21.7%	0.604881	19.0%	0.38	7.46%	0.101982	0.88%	0.003	0.44%	5.68	37.1%	0.15	1.36%	-0.10	-1.5%	1.35	39.9%	0.127	1.01%	0.15	1.05%	-0.15	-4.73%
B (240)	平均値	8.90		284.269		0.239		34.5134		4.69		11.9893		0.714		8.12		11.0		7.57		2.86		12.9		15.2		3.28	
	Sr	0.037	0.42%	14.45938	5.09%	0.004	1.57%	1.43310	4.15%	0.15	3.13%	0.115848	0.97%	0.004	0.50%	0.76	9.3%	0.049	0.45%	0.64	8.51%	1.56	54.5%	0.055	0.43%	0.067	0.44%	0.28	8.62%
	Sb+r	0.028	0.32%	23.06293	8.11%	0.013	5.60%	1.30293	3.78%	0.13	2.70%	0.132828	1.11%	0.003	0.42%	0.75	9.2%	0.040	0.36%	0.62	8.14%	1.13	39.5%	0.050	0.39%	0.053	0.35%	0.22	6.80%
	Sb	-0.024	-0.27%	17.96733	6.32%	0.013	5.37%	-0.59678	-1.73%	-0.07	-1.58%	0.064981	0.54%	-0.002	-0.27%	-0.13	-1.6%	-0.029	-0.26%	-0.19	-2.48%	-1.07	-37.6%	-0.024	-0.18%	-0.041	-0.27%	-0.17	-5.29%
TMB平均	平均値	8.89		303.262		0.27		5.3330		4.91		11.8884		0.712		11.39		10.9		7.27		2.86		12.7		15.1		3.21	
	Sr	0.089	1.00%	30.91413	10.19%	0.047	17.86%	2.47085	46.33%	0.38	7.77%	0.161787	1.36%	0.008	1.06%	4.47	39.3%	0.122	1.13%	0.34	4.73%	0.95	33.3%	0.166	1.30%	0.219	1.45%	0.22	6.83%
	Sb+r	0.086	0.97%	34.99212	11.54%	0.056	21.23%	2.78329	52.19%	0.37	7.59%	0.244630	2.06%	0.010	1.42%	5.16	45.3%	0.207	1.91%	0.39	5.43%	0.93	32.5%	0.224	1.76%	0.289	1.92%	0.21	6.42%
	Sb	-0.022	-0.25%	16.39407	5.41%	0.030	11.48%	1.28126	24.03%	-0.08	-1.65%	0.183490	1.54%	0.007	0.95%	2.57	22.6%	0.167	1.54%	0.19	2.66%	-0.21	-7.3%	0.151	1.18%	0.189	1.25%	-0.08	-2.34%

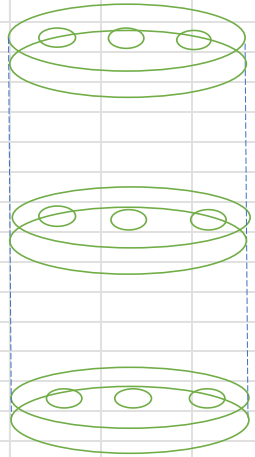
汎用マグネシウム合金 AM60 (JSAC 0154)

	成分名	Al		Si		Mn		Fe		Ni		Cu		Zn		Ga		Ge		Se		Pb	
	単位	%		ppm		%		ppm		ppm		ppm		%		ppm		ppm		ppm		ppm	
試料番号		標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD	標準偏差	RSD
T (001)	平均値	6.13		281.126		0.304		14.2255		5.55		7.48229		0.0139		11.8		6.29		2.73		12.8	
	Sr	0.029	0.47%	0.83583	0.30%	0.0005	0.15%	0.69507	4.89%	0.06	1.01%	0.0583481	0.78%	0.00025	1.80%	0.050	0.43%	0.14	2.28%	0.68	24.9%	0.17	1.36%
	Sb+r	0.045	0.73%	3.53142	1.26%	0.0105	3.46%	1.17064	8.23%	0.06	1.04%	0.0597995	0.80%	0.00022	1.61%	0.050	0.42%	0.36	5.78%	0.86	31.6%	0.14	1.10%
	Sb	0.035	0.57%	3.43108	1.22%	0.0105	3.46%	0.94195	6.62%	0.01	0.24%	0.0130952	0.18%	-0.00011	-0.80%	-0.007	-0.06%	0.33	5.31%	0.53	19.5%	-0.10	-0.80%
M (122)	平均値	6.11		277.041		0.301		12.5244		5.51		7.40364		0.0137		11.6		6.33		2.82		12.7	
	Sr	0.043	0.70%	4.39815	1.59%	0.0017	0.57%	0.57536	4.6%	0.14	2.59%	0.073032	0.99%	0.00021	1.56%	0.11	0.93%	0.48	7.61%	1.20	42.4%	0.14	1.08%
	Sb+r	0.094	1.54%	3.56671	1.29%	0.0085	2.83%	1.40312	11.2%	0.18	3.18%	0.211320	2.85%	0.00031	2.24%	0.27	2.30%	0.56	8.81%	0.85	30.2%	0.11	0.90%
	Sb	0.084	1.37%	-2.57339	-0.93%	0.0084	2.77%	1.27973	10.2%	0.10	1.84%	0.198299	2.68%	0.00022	1.61%	0.24	2.10%	0.28	4.45%	-0.84	-29.8%	-0.08	-0.60%
B (240)	平均値	6.12		281.211		0.308		13.1409		5.55		7.48286		0.0139		11.7		5.90		3.08		12.6	
	Sr	0.036	0.58%	1.98022	0.70%	0.001	0.36%	0.60095	4.57%	0.17	3.15%	0.081728	1.09%	0.00011	0.77%	0.13	1.12%	0.17	2.82%	0.27	8.9%	0.11	0.91%
	Sb+r	0.077	1.27%	5.21090	1.85%	0.015	5.03%	1.12706	8.58%	0.18	3.21%	0.209997	2.81%	0.00029	2.09%	0.31	2.61%	0.38	6.36%	0.82	26.7%	0.27	2.14%
	Sb	0.069	1.13%	4.81998	1.71%	0.015	5.02%	0.95348	7.26%	0.03	0.63%	0.193440	2.59%	0.00027	1.95%	0.28	2.36%	0.34	5.70%	0.78	25.2%	0.24	1.94%
TMB平均	平均値	6.12		279.793		0.30		13.2969		5.54		7.45626		0.014		11.7		6.17		2.88		12.7	
	Sr	0.070	1.15%	3.66806	1.31%	0.012	3.89%	1.15784	8.71%	0.114	2.05%	0.167950	2.25%	0.00024	1.72%	0.23	1.92%	0.38	6.23%	0.62	21.7%	0.16	1.24%
	Sb+r	0.059	0.96%	3.82740	1.37%	0.010	3.36%	1.27885	9.62%	0.095	1.71%	0.144505	1.94%	0.00021	1.53%	0.20	1.67%	0.39	6.37%	0.54	18.8%	0.17	1.35%
	Sb	-0.039	-0.64%	1.09287	0.39%	-0.006	-1.97%	0.54302	4.08%	-0.063	-1.13%	-0.085590	-1.15%	-0.00011	-0.77%	-0.11	-0.96%	0.08	1.32%	-0.31	-10.8%	0.07	0.53%

T（トップ）面、M（ミドル）面、B（ボトム）面

		説明
T面	Sr	1, 2間の標準偏差
	Sb+r	上記と下記の合成標準偏差
	Sb	A, B, C間の標準偏差
M面	Sr	1, 2間の標準偏差
	Sb+r	上記と下記の合成標準偏差
	Sb	A, B, C間の標準偏差
B面	Sr	1, 2間の標準偏差
	Sb+r	上記と下記の合成標準偏差
	Sb	A, B, C間の標準偏差
TMB 平均	Sr	1,2の平均値を使ったA, B, C間の標準偏差
	Sb+r	上記と下記の合成標準偏差
	Sb	T,M,B間の標準偏差





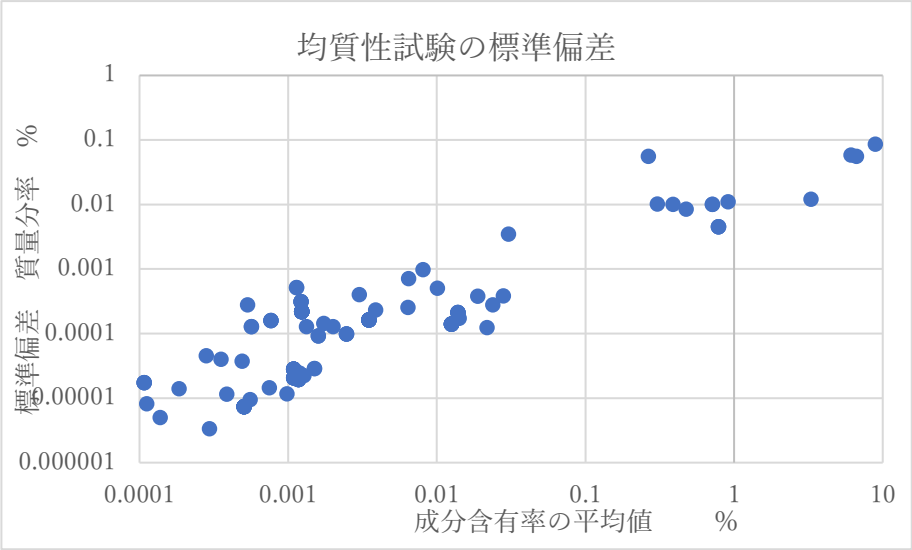


図 2　各種の均質性試験の分析値（各 18 個）の平均値と標準偏差

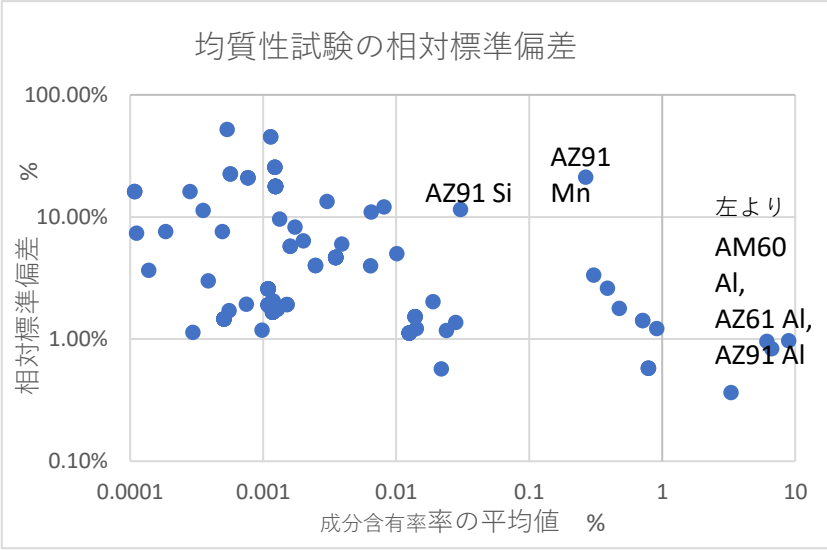


図 3　各種の均質性試験の分析値（各 18 個）平均値と相対標準偏差

表 4　汎用 Mg 合金 AZ31 (JSAC 0151)　共同実験結果

分析機関番号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Li										0.020825								
G-score																		
Be										0.001499								
G-score																		
Al	3.16	3.187	3.1855	3.0395	2.94995	3.293	3.507235	3.049	3.053333	3.118	3.205111	3.10845	3.320818	3.069443	3.175	3.02	3.1185	3.306215
G-score	0.00578	0.207219	0.196028	-0.89323	-1.56134	0.998053	2.596395	-0.82236	-0.79003	-0.30757	0.342342	-0.37882	1.205591	-0.66984	0.117691	-1.03872	-0.30384	1.096644
Si	0.01511	0.01575		0.01748	0.01735	0.01885		0.02051	0.014267	0.01802	0.018148	0.016647	0.01767	0.0185	0.017	0.0145	0.019863	0.019286
G-score	-1.26637	-0.91769		0.024849	-0.04598	0.771252		1.675653	-1.72584	0.319052	0.388524	-0.42899	0.128499	0.580566	-0.23666	-1.59871	1.322882	1.008961
Ca				1.6025						1.275		1.847215		6.44576	19		1.02655	1.24217
G-score				-0.45841						-0.50793		-0.42141		0.273927	2.172233		-0.5455	-0.5129
															#			
Mn	0.4716	0.4709	0.45805	0.43575	0.4326	0.44625	0.507671	0.45055	0.453933	0.46415	0.474209	0.469585	0.492786	0.44423	0.48	0.045	0.47215	0.47869
G-score	0.297926	0.290983	0.163536	-0.05764	-0.08888	0.046503	0.655675	0.089151	0.122707	0.224036	0.323803	0.277941	0.50805	0.026464	0.381238	-3.93312	0.303381	0.368242
																#		
Fe	0.004272	0.00462	0.004235	0.004171	0.0035	0.0042	0.00458	0.004755	0.003967	0.004013	0.005964	0.004169	0.004649	0.00365	0.00395		0.004563	0.004026
G-score	-0.07116	0.561999	-0.13838	-0.25465	-1.47282	-0.20106	0.489327	0.807267	-0.62498	-0.54171	3.003143	-0.2572	0.615271	-1.2003	-0.65526		0.457533	-0.51706
											#							
Ni		3.42E-05	0.000103			0.00015		0.000105		0.000127		9.55E-05	0.000179	0.0001			0.000106	0.000186
G-score		-1.8947	-0.35048			0.707696		-0.30127		0.19535		-0.51791	1.348645	-0.41587			-0.29205	1.520589
Cu	0.000211	0.000456	0.00019		0.00022	0.0003		0.000295	0.000167	0.000259		0.000282		0.00035	0.00025		0.000242	0.000296
G-score	-0.7989	2.467987	-1.06931		-0.67369	0.391963		0.320697	-1.38412	-0.15418		0.147462		1.057996	-0.27407		-0.37697	0.345151
Zn	0.798	0.78205	0.7438	0.75195	0.8152	0.7779	0.856542	0.76125	0.782367	0.77985	0.794767	0.799335	0.841111	0.823134	0.825	0.76	0.79635	0.791898
G-score	0.152682	-0.3723	-1.63127	-1.36302	0.718807	-0.5089	2.079533	-1.05692	-0.36188	-0.44471	0.046278	0.196622	1.571635	0.979933	1.041367	-1.09806	0.098373	-0.04817
Ga	4.13				5.9945	6.0735	5.446024	6.839		5.1949		6.02215	5.742207	6.297395			5.86445	5.105904
G-score	-2.1889				0.409085	0.519163	-0.35516	1.585809		-0.70508		0.447612	0.05754	0.831138			0.227874	-0.82908
Ge				57.455						0.01491		1.7706						5.398009
G-score				1.495053						-0.5845		-0.52094						-0.38961
Se										0.10327		2.81525		5.379			0.15583	3.219403
G-score										-0.99766		0.214932		1.361242			-0.97416	0.395638
Zr										0.012405		0.021288		0.58505			0.110899	
G-score										-0.62482		-0.59217		1.479816			-0.26283	
Pd										0.046055								
G-score																		
La							0.113645	0.11415		0.10565		0.091194		0.16895			0.098458	
G-score							-0.0612	-0.04298		-0.34969		-0.87131		1.93438			-0.6092	
Ce							0.236302	0.2328		0.22915							0.18454	
G-score							0.642615	0.498411		0.34809							-1.48912	
Pb						2.959		3.053	1.692033	2.911		2.37565	3.560				2.58245	3.500939
G-score						0.212146		0.365837	-1.85935	0.133666		-0.74164	1.194637				-0.40352	1.09822

表 5　汎用 Mg 合金 AZ61 (JSAC 0152)　共同実験結果

分析機関番号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Li	1.884		2.4635			2.0705	2.521164	1.9165		2.326		2.30125	2.429511	1.643195			1.9086	1.166194
G-score	-0.42182		0.988616			0.032102	1.128963	-0.34272		0.653958		0.593719	0.905891	-1.00791			-0.36194	-2.16887
Be										0.001438								
G-score																		
Al	6.6065	6.739	6.7025	6.4895	6.1651	6.8225	7.460901	6.4345	6.428467	6.5925	6.75401	6.65555	7.158564	6.518303	6.76	6.55	6.587	6.604193
G-score	-0.21775	0.249239	0.120597	-0.63011	-1.77343	0.543529	2.793531	-0.82395	-0.84522	-0.26709	0.30214	-0.04488	1.727966	-0.5286	0.323252	-0.41688	-0.28648	-0.22588
Si	0.008314	0.00846		0.009588	0.0094	0.0099		0.01021	0.007133	0.009667	0.010106	0.008591	0.010363	0.0106	0.0105	0.0045	0.010564	0.009873
G-score	-0.5785	-0.48689		0.220876	0.103228	0.416955		0.611467	-1.319	0.270758	0.546217	-0.40432	0.707403	0.856174	0.793429	-2.9713	0.833272	0.400248
																#		
Ca				1.998	12.0635					0.57		0.461536		13.10038	27.5		0.48242	
G-score				-0.58943	0.394939					-0.72908		-0.73969		0.496343	1.904574		-0.73765	
Mn	0.39235	0.3734	0.37735	0.36765	0.34955	0.3618	0.429646	0.37135	0.3543	0.38585	0.382392	0.39596	0.420032	0.35674	0.405	0.038	0.39045	0.379339
G-score	0.351725	0.125847	0.172929	0.057308	-0.15844	-0.01242	0.796275	0.101411	-0.10182	0.274247	0.233027	0.394755	0.681684	-0.07274	0.502509	-3.87202	0.329077	0.196635
																#		
Fe	0.003469	0.003402	0.003346	0.003453	0.002685	0.0035	0.003643	0.003858	0.003033	0.003411	0.004323	0.003314	0.003718	0.00335	0.0032		0.003833	0.002712
G-score	0.105947	-0.0607	-0.19999	0.064907	-1.84408	0.183052	0.538733	1.072255	-0.97768	-0.03956	2.230106	-0.2807	0.725679	-0.19004	-0.56313		1.011316	-1.77612
Ni		5.5E-05	0.000205			0.00025		0.000241	0.000133	0.000279		0.000238	0.000326	0.0002	0.0001		0.000246	0.000254
G-score		-1.99461	-0.07461			0.505731		0.392228	-0.99054	0.878945		0.34657	1.479017	-0.13553	-1.41805		0.456034	0.55482
Cu	0.000284	0.000143	0.000281		0.0003	0.00035		0.000388	0.000367	0.000417		0.000372	0.000348	0.00035	0.0003		0.000325	0.000394
G-score	-0.66763	-2.73804	-0.72112		-0.43826	0.294523		0.855105	0.538786	1.276458		0.6212	0.260303	0.294523	-0.43826		-0.07048	0.932895
Zn	0.92265	0.90295	0.86305	0.89365	0.99205	0.9078	1.031889	0.8916	0.9118	0.9233	0.940288	0.96405	1.01593	0.935505	0.98	0.915	0.92805	0.906012
G-score	-0.26775	-0.70353	-1.58615	-0.90926	1.267432	-0.59625	2.148692	-0.9546	-0.50776	-0.25337	0.122418	0.648049	1.795687	0.01661	1.000876	-0.43698	-0.1483	-0.6358
Ga	10.922				12.0635	12.83	11.28186	13.97		10.71			12.31413	15.9083			12.016	10.79801
G-score	-0.83345				-0.13358	0.336363	-0.61281	1.035305		-0.96342			0.020077	2.223691			-0.16271	-0.90946
Ge				47.02						0.019643		1.0401						5.783867
G-score				1.490634						-0.59735		-0.55201						-0.34127
Se										0.09679		1.015835					0.221515	2.51065
G-score										-0.77855		0.049211					-0.66622	1.39556
Zr										0.019175		0.053347		0.52245			0.030341	
G-score										-0.56096		-0.4212		1.497458			-0.5153	
														#				
Pd										0.040295								
G-score																		
La							0.45487	0.44675		0.4366		0.465135	0.443749	0.35025			0.405135	0.406267
G-score							0.769619	0.552444		0.280976		1.044163	0.472183	-2.02851			-0.56057	-0.5303
Ce						0.6728	0.719243	0.6861		0.6742		0.702705		0.37205			0.5865	
G-score						0.347958	0.730122	0.457399		0.359478		0.594037		-2.12682			-0.36218	
Pb						3.1185		3.2275	1.6504	3.0705		2.0571	1.548				2.63055	2.123877
G-score						1.024157		1.185889	-1.15417	0.952936		-0.55072	-1.3066				0.30015	-0.45164

表 6　汎用 Mg 合金 AZ91 (JSAC 0153)　共同実験結果

分析機関番号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Li										0.01402								
G-score																		
Be	6.612				7.7769	6.455	7.726248	8.2915		7.3805		7.127	8.415921	6.23367			6.83	11.07
G-score	-0.75333				0.109616	-0.86963	0.072094	0.490826		-0.18403		-0.37182	0.582996	-1.03359			-0.5905	2.547373
Al	8.7515	8.624	8.774	8.781	8.04345	9.165	9.676084	8.5045	8.9011	8.7335	8.836124	8.82685	9.119542	8.742458	8.915	8.57	8.714	8.764238
G-score	-0.15665	-0.54939	-0.08734	-0.06577	-2.33771	1.117095	2.691431	-0.9175	0.30418	-0.21209	0.104029	0.075462	0.977066	-0.1845	0.346998	-0.71574	-0.27216	-0.11741
Si	0.01975	0.021765		0.025385	0.01992	0.02555		0.0273	0.0261	0.028845	0.029376	0.02297	0.024475	0.02485	0.0213	0.0125	0.024963	0.030368
G-score	-1.46404	-0.89194		0.135856	-1.41577	0.182703		0.679566	0.33886	1.118224	1.268936	-0.54981	-0.1224	-0.01604	-1.02396	-3.52247	0.197317	1.550545
																#		
Ca				1.4965								4.18195		19.4383	29.5		0.350035	
G-score				-0.73728								-0.5288		0.655613	1.436742		-0.82628	
Mn	0.227	0.24705	0.23005	0.24475	0.24065	0.2523	0.283411	0.2513	0.297	0.29525	0.274816	0.261655	0.274029	0.254938	0.265	0.0245	0.2433	0.261943
G-score	-0.32405	0.016969	-0.27217	-0.02215	-0.09188	0.106262	0.635407	0.089254	0.866532	0.836768	0.489225	0.265374	0.475835	0.151121	0.322267	-3.76822	-0.04681	0.270278
																#		
Fe	0.000893	0.000277	0.000293	0.000513	0.00028	0.0005			0.0005	0.000369		0.000227	0.000647	0.0004	0.0003		0.000372	0.000448
G-score	2.610348	-0.86326	-0.77078	0.4681	-0.84578	0.394794			0.394794	-0.34391		-1.14202	1.223294	-0.1691	-0.733		-0.32477	0.101308
Ni		0.000238	0.000362			0.00035		0.00038	0.0003	0.000428		0.000398	0.000441	0.00035	0.0002		0.000386	0.000477
G-score		-1.50068	0.037631			-0.11465		0.261723	-0.73369	0.846094		0.48179	1.016805	-0.11465	-1.97176		0.330374	1.461018
Cu	0.001108	0.000863	0.001093	0.001006	0.000975	0.00105	0.001144	0.001118	0.0012	0.001299	0.001186	0.001172	0.001196	0.0012	0.00105	0.001	0.000977	0.001153
G-score	0.078903	-2.19768	-0.0602	-0.86604	-1.15444	-0.45895	0.41274	0.171636	0.932043	1.850095	0.802489	0.673782	0.899511	0.932043	-0.45895	-0.92261	-1.13473	0.500347
Zn	0.73115	0.7086	0.6906	0.7053	0.76975	0.7197	0.790903	0.69505	0.705867	0.7276	0.730181	0.74877	0.772632	0.735385	0.755	0.71	0.73285	0.700511
G-score	0.059891	-0.72808	-1.35706	-0.84339	1.408704	-0.34021	2.14786	-1.20156	-0.82359	-0.06416	0.026042	0.675592	1.509425	0.207858	0.893289	-0.67916	0.119295	-1.01073
Ga	10.5565				11.3955	11.5	10.49214	13.345		9.7825		11.4685	12.01519	12.7063			11.32	10.55
G-score	-0.78889				0.019856	0.120589	-0.85094	1.899069		-1.53499		0.090224	0.6172	1.283397			-0.05774	-0.79777
Ge				32.78						0.016825		1.92615						7.108021
G-score				1.470496						-0.6878		-0.56203						-0.22067
Se										0.00436		1.71455					0.11544	3.065061
G-score										-0.83912		0.336681					-0.76275	1.265197
Zr										0.00389				0.4274			0.010663	
G-score										-0.59125				1.154588			-0.56333	
Pd										0.041715								
G-score																		
La	13.045		12.205		11.493	12.905	13.35982	12.525	9.589933	12.2	0.001445	11.783	13.88391	11.015			12.01	12.43
G-score	0.504656		0.259301		0.051334	0.463764	0.596613	0.35277	-0.50453	0.257841	-3.30523	0.13604	0.749693	-0.08829			0.200883	0.325149
											#							
Ce	17.795		18.145		13.105	18.21	19.18566	17.55	20.22057	17.565		17.778	15.69311	16.56605			17.52	14.71
G-score	0.30122		0.489058		-2.2158	0.523942	1.047559	0.169734	1.602971	0.177784		0.292097	-0.82682	-0.35833			0.152292	-1.3557
Pb						4.251		4.382	2.986267	4.172		3.0629	2.865	12.12			3.70375	3.16292
G-score						-0.09345		-0.04842	-0.52823	-0.12061		-0.50188	-0.56999	2.611654			-0.28158	-0.4675
														#				

表 7　汎用 Mg 合金 AM60 (JSAC 0154)　共同実験結果

分析機関番号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Li										0.021885		0.002188						
G-score																		
Be										0.003724								
G-score																		
Al	6.025	5.9715	6.087	6.066	5.7106	6.291	6.686489	5.877	5.8424	6.0005	5.996598	5.9627	6.210908	5.891263	6.1	5.835	6.061	6.174165
G-score	-0.08754	-0.33612	0.20054	0.102964	-1.54838	1.148414	2.98603	-0.77521	-0.93598	-0.20138	-0.21951	-0.37701	0.776271	-0.70894	0.260943	-0.97036	0.079732	0.605547
							#											
Si	0.0242	0.025045		0.02666	0.02386	0.02695		0.02888	0.024167	0.027219	0.028851	0.025743	0.02823	0.02955	0.02525	0.016	0.027817	0.027809
G-score	-0.56241	-0.30048		0.200126	-0.6678	0.290019		0.888269	-0.57274	0.373402	0.879132	-0.08428	0.68692	1.095952	-0.23694	-3.1042	0.558767	0.556265
																#		
Ca				3.588						1.395		0.820845		10.57592	20		0.71383	
G-score				-0.33574						-0.61955		-0.69386		0.568612	1.788246		-0.70771	
Mn	0.2965	0.2955	0.2977	0.2871	0.283	0.2853	0.32303	0.2877	0.278367	0.30565	0.308018	0.313125	0.316634	0.290069	0.31	0.029	0.3061	0.292319
G-score	0.198911	0.183471	0.21744	0.053774	-0.00953	0.025981	0.608532	0.063038	-0.08107	0.340189	0.376744	0.455605	0.509788	0.099615	0.407354	-3.93134	0.347137	0.134363
																#		
Fe	0.000786	0.001294	0.001122	0.001302	0.001105	0.00125	0.001065	0.001388	0.001	0.001206	0.001541	0.00116	0.001451	0.00125	0.001		0.001445	0.001123
G-score	-2.18127	0.462844	-0.4325	0.501885	-0.52099	0.233804	-0.73181	0.952158	-1.06756	0.002161	1.749184	-0.23521	1.278504	0.233804	-1.06756		1.247568	-0.42502
Ni		0.000319	0.000413	0.00045	0.000135	0.0005		0.000479	0.000333	0.000535		0.000468	0.000532	0.0005	0.0003		0.000474	0.000549
G-score		-0.92972	-0.12819	0.189077	-2.50536	0.620239		0.437841	-0.80698	0.921667		0.343602	0.89354	0.620239	-1.09242		0.399434	1.037028
Cu	0.000632	0.000724	0.000611	0.000593	0.000665	0.0007		0.000738	0.0008	0.000777		0.000744	0.000728	0.0008	0.0007		0.000627	0.00075
G-score	-1.10202	0.275331	-1.41106	-1.6852	-0.60798	-0.08795		0.476658	1.397861	1.048695		0.570339	0.332646	1.397861	-0.08795		-1.17757	0.660339
Zn	0.013495	0.01288	0.014	0.01461	0.014115	0.0136		0.015235	0.014667	0.015275	0.015885	0.013302	0.013052	0.01505	0.0205	0.013	0.013393	0.013977
G-score	-0.5449	-0.88765	-0.26346	0.076503	-0.19937	-0.48638		0.424824	0.108084	0.447117	0.78731	-0.65246	-0.79183	0.321721	3.359085	-0.82077	-0.60175	-0.27606
															#			
Ga	11.225				12.5115	12.635	11.38554	14.045		10.93		0.083859	12.8002	14.10765			12.4	11.78937
G-score	-0.01034				0.323722	0.355791	0.031346	0.721925		-0.08694		-2.90335	0.39869	0.738193			0.294769	0.136206
												#						
Ge				37.9						0.0145		1.1988						6.803144
G-score				1.479247						-0.64188		-0.57557						-0.2618
Se										0.1147		0.821225					0.223905	2.760169
G-score										-0.70537		-0.12943					-0.61635	1.451144
Zr										0.006068		0.042088		1.0769			0.010003	
G-score										-0.52494		-0.45685		1.499302			-0.5175	
														#				
Pd										0.06729								
G-score																		
La							0.193194	0.18925		0.18505		0.20175		0.06955			0.17041	
G-score							0.505677	0.425889		0.340911		0.678798		-1.99598			0.044703	
														#				
Ce							0.342363	0.33435		0.3271		0.42457		0.556075			0.266	
G-score							-0.32036	-0.39882		-0.46982		0.484683		1.772482			-1.06816	
Pb	14.855					13.715	9.925761	13.74	12.18943	13.23		13.4245	13.040	15.665			11.9905	12.67
G-score	1.139505					0.385916	-2.11893	0.402442	-0.62255	0.065311		0.193883	-0.06049	1.67495			-0.75405	-0.30598

表 8　汎用 Mg 合金 AZ31 (JSAC 0151)　共同実験纏め　Grubbs 検定後

分析機関番号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Li										0.020825								
G-score																		
Be										0.001499								
G-score																		
Al	3.16	3.187	3.1855	3.0395	2.94995	3.293	3.507235	3.049	3.053333	3.118	3.205111	3.10845	3.320818	3.069443	3.175	3.02	3.1185	3.306215
G-score	0.00578	0.207219	0.196028	-0.89323	-1.56134	0.998053	2.596395	-0.82236	-0.79003	-0.30757	0.342342	-0.37882	1.205591	-0.66984	0.117691	-1.03872	-0.30384	1.096644
Si	0.01511	0.01575		0.01748	0.01735	0.01885		0.02051	0.014267	0.01802	0.018148	0.016647	0.01767	0.0185	0.017	0.0145	0.019863	0.019286
G-score	-1.26637	-0.91769		0.024849	-0.04598	0.771252		1.675653	-1.72584	0.319052	0.388524	-0.42899	0.128499	0.580566	-0.23666	-1.59871	1.322882	1.008961
Ca				1.6025						1.275		1.847215					1.02655	1.24217
G-score				0.628234						-0.38125		1.382544					-1.14708	-0.48245
Mn	0.4716	0.4709	0.45805	0.43575	0.4326	0.44625	0.507671	0.45055	0.453933	0.46415	0.474209	0.469585	0.492786	0.44423	0.48		0.47215	0.47869
G-score	0.337992	0.30274	-0.34438	-1.4674	-1.62603	-0.93862	2.154484	-0.72208	-0.55169	-0.03719	0.469384	0.236517	1.404909	-1.04037	0.761012		0.36569	0.695026
Fe	0.004272	0.00462	0.004235	0.004171	0.0035	0.0042	0.00458	0.004755	0.003967	0.004013		0.004169	0.004649	0.00365	0.00395		0.004563	0.004026
G-score	0.178174	1.14617	0.075402	-0.10236	-1.96475	-0.02043	1.035066	1.521148	-0.66853	-0.54123		-0.10625	1.227615	-1.54811	-0.71483		0.986458	-0.50354
Ni		3.42E-05	0.000103			0.00015		0.000105		0.000127		9.55E-05	0.000179	0.0001			0.000106	0.000186
G-score		-1.8947	-0.35048			0.707696		-0.30127		0.19535		-0.51791	1.348645	-0.41587			-0.29205	1.520589
Cu	0.000211	0.000456	0.00019		0.00022	0.0003		0.000295	0.000167	0.000259		0.000282		0.00035	0.00025		0.000242	0.000296
G-score	-0.7989	2.467987	-1.06931		-0.67369	0.391963		0.320697	-1.38412	-0.15418		0.147462		1.057996	-0.27407		-0.37697	0.345151
Zn	0.798	0.78205	0.7438	0.75195	0.8152	0.7779	0.856542	0.76125	0.782367	0.77985	0.794767	0.799335	0.841111	0.823134	0.825	0.76	0.79635	0.791898
G-score	0.152682	-0.3723	-1.63127	-1.36302	0.718807	-0.5089	2.079533	-1.05692	-0.36188	-0.44471	0.046278	0.196622	1.571635	0.979933	1.041367	-1.09806	0.098373	-0.04817
Ga	4.13				5.9945	6.0735	5.446024	6.839		5.1949		6.02215	5.742207	6.297395			5.86445	5.105904
G-score	-2.1889				0.409085	0.519163	-0.35516	1.585809		-0.70508		0.447612	0.05754	0.831138			0.227874	-0.82908
Ge				57.455						0.01491		1.7706						5.398009
G-score				1.495053						-0.5845		-0.52094						-0.38961
Se										0.10327		2.81525		5.379			0.15583	3.219403
G-score										-0.99766		0.214932		1.361242			-0.97416	0.395638
Zr										0.012405		0.021288		0.58505			0.110899	
G-score										-0.62482		-0.59217		1.479816			-0.26283	
Pd										0.046055								
G-score																		
La							0.113645	0.11415		0.10565		0.091194		0.16895			0.098458	
G-score							-0.0612	-0.04298		-0.34969		-0.87131		1.93438			-0.6092	
Ce							0.236302	0.2328		0.22915							0.18454	
G-score							0.642615	0.498411		0.34809							-1.48912	
Pb						2.959		3.053	1.692033	2.911		2.37565	3.560				2.58245	3.500939
G-score						0.212146		0.365837	-1.85935	0.133666		-0.74164	1.194637				-0.40352	1.09822

表 9　汎用 Mg 合金 AZ61 (JSAC 0152) 共同実験纏め　Grubbs 検定後

分析機関番号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Li	1.884		2.4635			2.0705	2.521164	1.9165		2.326		2.30125	2.429511	1.643195			1.9086	1.166194
G-score	-0.42182		0.988616			0.032102	1.128963	-0.34272		0.653958		0.593719	0.905891	-1.00791			-0.36194	-2.16887
Be										0.001438								
G-score																		
Al	6.6065	6.739	6.7025	6.4895	6.1651	6.8225	7.460901	6.4345	6.428467	6.5925	6.75401	6.65555	7.158564	6.518303	6.76	6.55	6.587	6.604193
G-score	-0.21775	0.249239	0.120597	-0.63011	-1.77343	0.543529	2.793531	-0.82395	-0.84522	-0.26709	0.30214	-0.04488	1.727966	-0.5286	0.323252	-0.41688	-0.28648	-0.22588
Si	0.008314	0.00846		0.009588	0.0094	0.0099		0.01021	0.007133	0.009667	0.010106	0.008591	0.010363	0.0106	0.0105		0.010564	0.009873
G-score	-1.22979	-1.08472		0.036088	-0.15022	0.346595		0.654618	-2.40243	0.115081	0.551291	-0.95396	0.80654	1.042131	0.942769		1.005864	0.320137
Ca				1.998	12.0635					0.57		0.461536		13.10038	27.5		0.48242	
G-score				-0.58943	0.394939					-0.72908		-0.73969		0.496343	1.904574		-0.73765	
Mn	0.39235	0.3734	0.37735	0.36765	0.34955	0.3618	0.429646	0.37135	0.3543	0.38585	0.382392	0.39596	0.420032	0.35674	0.405		0.39045	0.379339
G-score	0.467357	-0.38426	-0.20675	-0.64267	-1.45608	-0.90557	2.143425	-0.47639	-1.24262	0.175246	0.019839	0.629591	1.711387	-1.13296	1.035851		0.381971	-0.11737
Fe	0.003469	0.003402	0.003346	0.003453	0.002685	0.0035	0.003643	0.003858	0.003033	0.003411	0.004323	0.003314	0.003718	0.00335	0.0032		0.003833	0.002712
G-score	0.105947	-0.0607	-0.19999	0.064907	-1.84408	0.183052	0.538733	1.072255	-0.97768	-0.03956	2.230106	-0.2807	0.725679	-0.19004	-0.56313		1.011316	-1.77612
Ni		5.5E-05	0.000205			0.00025		0.000241	0.000133	0.000279		0.000238	0.000326	0.0002	0.0001		0.000246	0.000254
G-score		-1.99461	-0.07461			0.505731		0.392228	-0.99054	0.878945		0.34657	1.479017	-0.13553	-1.41805		0.456034	0.55482
Cu	0.000284	0.000143	0.000281		0.0003	0.00035		0.000388	0.000367	0.000417		0.000372	0.000348	0.00035	0.0003		0.000325	0.000394
G-score	-0.66763	-2.73804	-0.72112		-0.43826	0.294523		0.855105	0.538786	1.276458		0.6212	0.260303	0.294523	-0.43826		-0.07048	0.932895
Zn	0.92265	0.90295	0.86305	0.89365	0.99205	0.9078	1.031889	0.8916	0.9118	0.9233	0.940288	0.96405	1.01593	0.935505	0.98	0.915	0.92805	0.906012
G-score	-0.26775	-0.70353	-1.58615	-0.90926	1.267432	-0.59625	2.148692	-0.9546	-0.50776	-0.25337	0.122418	0.648049	1.795687	0.01661	1.000876	-0.43698	-0.1483	-0.6358
Ga	10.922				12.0635	12.83	11.28186	13.97		10.71			12.31413	15.9083			12.016	10.79801
G-score	-0.83345				-0.13358	0.336363	-0.61281	1.035305		-0.96342			0.020077	2.223691			-0.16271	-0.90946
Ge				47.02						0.019643		1.0401						5.783867
G-score				1.490634						-0.59735		-0.55201						-0.34127
Se										0.09679		1.015835					0.221515	2.51065
G-score										-0.77855		0.049211					-0.66622	1.39556
Zr										0.019175		0.053347					0.030341	
G-score										-0.86731		1.093829					-0.22652	
Pd										0.040295								
G-score																		
La							0.45487	0.44675		0.4366		0.465135	0.443749	0.35025			0.405135	0.406267
G-score							0.769619	0.552444		0.280976		1.044163	0.472183	-2.02851			-0.56057	-0.5303
Ce						0.6728	0.719243	0.6861		0.6742		0.702705		0.37205			0.5865	
G-score						0.347958	0.730122	0.457399		0.359478		0.594037		-2.12682			-0.36218	
Pb						3.1185		3.2275	1.6504	3.0705		2.0571	1.548				2.63055	2.123877
G-score						1.024157		1.185889	-1.15417	0.952936		-0.55072	-1.3066				0.30015	-0.45164

表 10　汎用 Mg 合金 AZ91 (JSAC 0153)　共同実験纏め　Grubbs 検定後

分析機関番号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Li										0.01402								
G-score																		
Be	6.612				7.7769	6.455	7.726248	8.2915		7.3805		7.127	8.415921	6.23367			6.83	11.07
G-score	-0.75333				0.109616	-0.86963	0.072094	0.490826		-0.18403		-0.37182	0.582996	-1.03359			-0.5905	2.547373
Al	8.7515	8.624	8.774	8.781	8.04345	9.165	9.676084	8.5045	8.9011	8.7335	8.836124	8.82685	9.119542	8.742458	8.915	8.57	8.714	8.764238
G-score	-0.15665	-0.54939	-0.08734	-0.06577	-2.33771	1.117095	2.691431	-0.9175	0.30418	-0.21209	0.104029	0.075462	0.977066	-0.1845	0.346998	-0.71574	-0.27216	-0.11741
Si	0.01975	0.021765		0.025385	0.01992	0.02555		0.0273	0.0261	0.028845	0.029376	0.02297	0.024475	0.02485	0.0213		0.024963	0.030368
G-score	-1.62314	-0.99574		0.131395	-1.57021	0.18277		0.727656	0.35402	1.208712	1.373991	-0.62055	-0.15183	-0.03518	-1.14052		0.030984	1.682818
Ca				1.4965								4.18195		19.4383	29.5		0.350035	
G-score				-0.73728								-0.5288		0.655613	1.436742		-0.82628	
Mn	0.227	0.24705	0.23005	0.24475	0.24065	0.2523	0.283411	0.2513	0.297	0.29525	0.274816	0.261655	0.274029	0.254938	0.265		0.2433	0.261943
G-score	-1.55709	-0.58406	-1.40908	-0.69568	-0.89465	-0.32927	1.180562	-0.3778	1.840044	1.755115	0.763455	0.124732	0.72525	-0.20127	0.287067		-0.76605	0.138722
Fe	0.000893	0.000277	0.000293	0.000513	0.00028	0.0005			0.0005	0.000369		0.000227	0.000647	0.0004	0.0003		0.000372	0.000448
G-score	2.610348	-0.86326	-0.77078	0.4681	-0.84578	0.394794			0.394794	-0.34391		-1.14202	1.223294	-0.1691	-0.733		-0.32477	0.101308
Ni		0.000238	0.000362			0.00035		0.00038	0.0003	0.000428		0.000398	0.000441	0.00035	0.0002		0.000386	0.000477
G-score		-1.50068	0.037631			-0.11465		0.261723	-0.73369	0.846094		0.48179	1.016805	-0.11465	-1.97176		0.330374	1.461018
Cu	0.001108	0.000863	0.001093	0.001006	0.000975	0.00105	0.001144	0.001118	0.0012	0.001299	0.001186	0.001172	0.001196	0.0012	0.00105	0.001	0.000977	0.001153
G-score	0.078903	-2.19768	-0.0602	-0.86604	-1.15444	-0.45895	0.41274	0.171636	0.932043	1.850095	0.802489	0.673782	0.899511	0.932043	-0.45895	-0.92261	-1.13473	0.500347
Zn	0.73115	0.7086	0.6906	0.7053	0.76975	0.7197	0.790903	0.69505	0.705867	0.7276	0.730181	0.74877	0.772632	0.735385	0.755	0.71	0.73285	0.700511
G-score	0.059891	-0.72808	-1.35706	-0.84339	1.408704	-0.34021	2.14786	-1.20156	-0.82359	-0.06416	0.026042	0.675592	1.509425	0.207858	0.893289	-0.67916	0.119295	-1.01073
Ga	10.5565				11.3955	11.5	10.49214	13.345		9.7825		11.4685	12.01519	12.7063			11.32	10.55
G-score	-0.78889				0.019856	0.120589	-0.85094	1.899069		-1.53499		0.090224	0.6172	1.283397			-0.05774	-0.79777
Ge				32.78						0.016825		1.92615						7.108021
G-score				1.470496						-0.6878		-0.56203						-0.22067
Se										0.00436		1.71455					0.11544	3.065061
G-score										-0.83912		0.336681					-0.76275	1.265197
Zr										0.00389				0.4274			0.010663	
G-score										-0.59125				1.154588			-0.56333	
Pd										0.041715								
G-score																		
La	13.045		12.205		11.493	12.905	13.35982	12.525	9.589933	12.2		11.783	13.88391	11.015			12.01	12.43
G-score	0.78052		0.01575		-0.63248	0.653058	1.067148	0.307091	-2.36511	0.011198		-0.36846	1.544295	-1.06767			-0.16634	0.220998
Ce	17.795		18.145		13.105	18.21	19.18566	17.55	20.22057	17.565		17.778	15.69311	16.56605			17.52	14.71
G-score	0.30122		0.489058		-2.2158	0.523942	1.047559	0.169734	1.602971	0.177784		0.292097	-0.82682	-0.35833			0.152292	-1.3557
Pb						4.251		4.382	2.986267	4.172		3.0629	2.865				3.70375	3.16292
G-score						1.078598		1.287061	-0.934	0.952883		-0.81205	-1.12734				0.207746	-0.65289

表 11　汎用 Mg 合金 AM60 (JSAC 0154)　共同実験纏め　Grubbs 検定後

分析機関番号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Li										0.021885		0.002188						
G-score																		
Be										0.003724								
G-score																		
Al	6.025	5.9715	6.087	6.066	5.7106	6.291		5.877	5.8424	6.0005	5.996598	5.9627	6.210908	5.891263	6.1	5.835	6.061	6.174165
G-score	0.128187	-0.23347	0.547305	0.405346	-1.99715	1.926338		-0.87229	-1.10618	-0.03743	-0.06381	-0.29296	1.384919	-0.77587	0.635185	-1.15621	0.371546	1.136538
Si	0.0242	0.025045		0.02666	0.02386	0.02695		0.02888	0.024167	0.027219	0.028851	0.025743	0.02823	0.02955	0.02525		0.027817	0.027809
G-score	-1.3248	-0.87377		-0.01174	-1.50628	0.143047		1.173209	-1.34259	0.286629	1.157474	-0.50147	0.826493	1.53083	-0.76435		0.605819	0.60151
Ca				3.588						1.395		0.820845		10.57592	20		0.71383	
G-score				-0.33574						-0.61955		-0.69386		0.568612	1.788246		-0.70771	
Mn	0.2965	0.2955	0.2977	0.2871	0.283	0.2853	0.32303	0.2877	0.278367	0.30565	0.308018	0.313125	0.316634	0.290069	0.31		0.3061	0.292319
G-score	-0.1623	-0.23978	-0.06933	-0.8906	-1.20826	-1.03006	1.893168	-0.84411	-1.56725	0.546628	0.730062	1.125781	1.397671	-0.66057	0.88366		0.581493	-0.4862
Fe	0.000786	0.001294	0.001122	0.001302	0.001105	0.00125	0.001065	0.001388	0.001	0.001206	0.001541	0.00116	0.001451	0.00125	0.001		0.001445	0.001123
G-score	-2.18127	0.462844	-0.4325	0.501885	-0.52099	0.233804	-0.73181	0.952158	-1.06756	0.002161	1.749184	-0.23521	1.278504	0.233804	-1.06756		1.247568	-0.42502
Ni		0.000319	0.000413	0.00045	0.000135	0.0005		0.000479	0.000333	0.000535		0.000468	0.000532	0.0005	0.0003		0.000474	0.000549
G-score		-0.92972	-0.12819	0.189077	-2.50536	0.620239		0.437841	-0.80698	0.921667		0.343602	0.89354	0.620239	-1.09242		0.399434	1.037028
Cu	0.000632	0.000724	0.000611	0.000593	0.000665	0.0007		0.000738	0.0008	0.000777		0.000744	0.000728	0.0008	0.0007		0.000627	0.00075
G-score	-1.10202	0.275331	-1.41106	-1.6852	-0.60798	-0.08795		0.476658	1.397861	1.048695		0.570339	0.332646	1.397861	-0.08795		-1.17757	0.660339
Zn	0.013495	0.01288	0.014	0.01461	0.014115	0.0136		0.015235	0.014667	0.015275	0.015885	0.013302	0.013052	0.01505		0.013	0.013393	0.013977
G-score	-0.64773	-1.31052	-0.10349	0.553916	0.020449	-0.53457		1.227485	0.614986	1.270593	1.928442	-0.85573	-1.12523	1.028108		-1.1812	-0.75766	-0.12786
Ga	11.225				12.5115	12.635	11.38554	14.045		10.93			12.8002	14.10765			12.4	11.78937
G-score	-1.0575				0.117423	0.230212	-0.91088	1.517925		-1.32692			0.381088	1.575142			0.015593	-0.54208
Ge				37.9						0.0145		1.1988						6.803144
G-score				1.479247						-0.64188		-0.57557						-0.2618
Se										0.1147		0.821225					0.223905	2.760169
G-score										-0.70537		-0.12943					-0.61635	1.451144
Zr										0.006068		0.042088					0.010003	
G-score										-0.67407		1.14896					-0.47489	
Pd										0.06729								
G-score																		
La							0.193194	0.18925		0.18505		0.20175					0.17041	
G-score							0.454771	0.114004		-0.24893		1.194158					-1.514	
Ce							0.342363	0.33435		0.3271		0.42457		0.556075			0.266	
G-score							-0.32036	-0.39882		-0.46982		0.484683		1.772482			-1.06816	
Pb	14.855					13.715	9.925761	13.74	12.18943	13.23		13.4245	13.040	15.665			11.9905	12.67
G-score	1.139505					0.385916	-2.11893	0.402442	-0.62255	0.065311		0.193883	-0.06049	1.67495			-0.75405	-0.30598

4.3 採用された分析方法

この共同実験では多くの試験機関が複数の分析方法を採用し，成分の種類又は濃度に応じて使い分けていた。表 12 に成分別に採用された分析方法を示す。

表 12　使用した分析方法とその適用数

成分	標準物質（JSAC0 151）			標準物質（JSAC 0152）			標準物質（JSAC 0153）			標準物質（JSAC 0154）		
	ICP-QMS	ICP-AES	XRF	ICP-QMS	ICP-AES	XRF	ICP-QMS	ICP-AES	XRF	ICP-QMS	ICP-AES	XRF
Li	1			5	6		1			1	1	
Be	1			1			5	6		1		
Al	1	16	1	1	16	1	1	16	1	1	15	1
Si	3	12	1	3	11	1	3	11	1	3	11	1
Ca	1	4		1	6		1	4		2	4	
Mn	1	15	1	1	15	1	1	15	1	1	15	1
Fe	5	10	1	5	11	1	3	10	1	5	11	1
Ni	4	6		4	7	1	4	7	1	4	9	1
Cu	3	9	1	3	10	1	4	13	1	3	11	1
Zn	1	16	1	1	16	1	1	16	1	3	12	1
Ga	5	6		5	5		5	6		5	5	
Ge	1	3		1	3		1	3		1	3	
Se	2	3		2	2		2	2		2	2	
Zr	2	2		2	1		2	1		2	1	
Pd	1			1			1			1		
La	4	2		4	4		5	7	1	4	1	
Ce	4			5	2		5	7	1	4	2	
Pb	4	3	1	4	3	1	4	3	1	5	5	1
合計	44	107	7	49	118	8	49	127	10	48	108	8

注：ICP-QMS として四重極型質量分析装置が使用されている。

分析方法は誘導結合プラズマ発光分析法(ICP-AES)が主力である。高感度分析には ICP-QMS に頼るということもある。

4.4 標準物質の認証値と不確かさの決定

認証標準物質の不確かさの要因はたとえば ISO Guide 35:2016 [文献 8)]では次のような項目を挙げている。

1) 物質の不均一さによるもの
2) 測定誤差によるもの
3) 試験所，測定者や測定方法によるもの
4) 実験データや統計計算がなくても，経験や判断に基づくもの

認証標準物質の生産者は，常にあらゆる種類の使用者にも留意しなければならないため，ひとつの形式の記述事項だけを用いることは不適切で，潜在的使用者も含めて参考になる情報を含むことが必要であると記されている。

不確かさの記述の例としては

(1) 平均値の 95 %信頼区間

Laplace（ラプラス）の中心極限定理によると，いかなる分布でもその標本平均値は，標本数 Nが大きくなるにつれて標準偏差 $(SD)/\sqrt{N}$ の正規分布に近づく。また，自由度（N

－1）により分布の形が変わる Student の t 分布の考えかたによると，不確かさは $t \times (SD)/\sqrt{N}$ で表される。t は Student の t 分布の確率で，有意水準 5 %でデータ数が十分多い場合は t = 1.96 と正規分布と等しくなる。ISO Guide 34 では，認証値の不確かさとしてこの値を記述するよう推奨していた。ISO Guide 34 ではこの記述はないが，GUM (Guide to the expression of uncertainty in measurement）の 4.2.3　NOTE 1 は上式を使うことを推奨している。また，*SD* は多数の試験所による共同実験のため，GUM に述べられた Type B の不確かさもすべて含んでいると考えた。

平均値の不確かさを表すために標準偏差に乗ずる係数(t 分布，95 %信頼区間)は表 13 による。

これで見れば N が 17 付近においては t の変化は小さいので本共同実験における信頼性は十分であることが分かる。分析値の不確かさは小数点以下 1 桁の表示とし，濃度値は不確かさの表示桁まで表示した。

表 13　t 分布表

自由度　n	N	t	$\sqrt{N}$	$t/\sqrt{N}$
1	2	12.706	1.414	8.9845
2	3	4.308	1.732	2.4872
3	4	3.182	2.000	1.5910
4	5	2.776	2.236	1.2415
5	6	2.571	2.449	1.0496
6	7	2.447	2.646	0.9249
7	8	2.365	2.828	0.8362
8	9	2.306	3.000	0.7687
9	10	2.262	3.162	0.7153
10	11	2.228	3.317	0.6718
11	12	2.201	3.464	0.6354
12	13	2.179	3.606	0.6043
13	14	2.160	3.742	0.5773
14	15	2.145	3.873	0.5538
15	16	2.131	4.000	0.5328
16	17	2.120	4.123	0.5093
17	18	2.110	4.243	0.4973
18	19	2.101	4.359	0.4820
19	20	2.093	4.472	0.4680

自由度　$n = N - 1$

(2) 試験所全体の標準偏差（所間又は室間標準偏差）

標準物質の使用者自身のニーズに基づいて別の不確かさが計算できるよう試験所全体の標準偏差（所間又は室間標準偏差）も表示した。2×*SD*,　3×*SD* が必要な場合は，使用者が自らこの値から計算を行うことができる。濃度値の不確かさの桁までの表示を行った。

4.5 成分含有率の値付けのための基礎データ

異常値の削除を行った後，あらためて平均値，中央値，不確かさ，の計算及び室間（所間）標準偏差，*NIQR* 等の計算を行った。その結果を表 14，表 15，表 16 及び表 17 に示

す。平均値，不確かさ，標準偏差の計算は従来の統計手法によった。

ここで用いた項目とその意味や計算方法などについて下記に述べる。

(1) N: 不満足なデータを削除した後の，最終的な統計計算に使用したデータ数。 試験機関によっては異なる分析方法を用いて複数のデータが報告されている場合があり，共同実験参加機関数 17 より大きい数字となることがある。

(2) *Average*：採用したデータの平均値。平均値の不確かさが示された有効桁までを成分含有率の値として採用した。

(3) *Median*：中央値。

(4) $U_{95\%}$： 採用したデータの平均値の不確かさ。$t \times (SD)/\sqrt{N}$，t は表 13 による。

(5) *SD*： 採用したデータの平均値の標準偏差。Standard deviation.

(6) *NIQR*

(7) $U_{95\%}CV\%$： $U_{95\%}$／average を％表示。

(8) *RSD*：相対標準偏差。*SD*／average を％表示した。*CV%clas* に同じ。

(9) *CV%rob* ： *NIQR*／median を％表示した。

表 14　汎用マグネシウム合金 AZ31 (JSAC 0151) 統計計算結果

	単位	N	*average*	*Median*	$U_{95\%}$	*SD*	*NIQR*	$U_{95\%}$ *CV%*	*CV%class*	*CV%rob*
Li	ppm	1	0.021	0.021	#NUM!	#DIV/0!	0.000	#NUM!	#DIV/0!	0
Be	ppm	1	0.001	0.001	#NUM!	#DIV/0!	0.000	#NUM!	#DIV/0!	0
Al	%	18	3.16	3.14	0.07	0.13	0.11	2	4	3
Si	%	16	0.0174	0.0176	0.0010	0.0018	0.0016	6	11	9
Ca	ppm	5	1.40	1.28	0.40	0.32	0.27	29	23	19
Mn	%	17	0.465	0.470	0.010	0.020	0.018	2	4	4
Fe	%	16	0.0042	0.0042	0.0002	0.0004	0.0004	5	9	10
Ni	%	10	0.000119	0.000105	0.000032	0.000045	0.000032	27	38	27
Cu	%	13	0.00027	0.00026	0.00005	0.00008	0.00006	17	28	21
Zn	%	18	0.7934	0.7933	0.0151	0.0304	0.0243	2	4	3
Ga	ppm	11	5.70	5.86	0.48	0.72	0.54	8	13	9
Ge	ppm	4	16.160	3.584	43.952	27.621	12.662	272	171	78
Se	ppm	5	2.335	2.815	2.777	2.237	2.271	119	96	97
Zr	ppm	4	0.182	0.066	0.433	0.272	0.156	237	149	85
Pd	ppm	1	0.046	0.046	#NUM!	#DIV/0!	0.000	#NUM!	#DIV/0!	0
La	ppm	6	0.115	0.110	0.029	0.028	0.010	25	24	9
Ce	ppm	4	0.221	0.231	0.039	0.024	0.012	18	11	5
Pb	ppm	8	2.83	2.94	0.51	0.61	0.47	18	22	17

ICP-QMS のみ

	単位	N	average	Median	U95%	SD	NIQR	U95%CV%	CV%class	CV%rob
Ge	ppm	1	0.01491	0.01491	#NUM!	#DIV/0!	0	#NUM!	#DIV/0!	0
Se	ppm	2	0.12955	0.12955	0.333919	0.037166	0.019481	258	29	15
Zr	ppm	2	0.061652	0.061652	0.625742	0.069646	0.036507	1015	113	59
Pd	ppm	1	0.046055	0.046055	#NUM!	#DIV/0!	0	#NUM!	#DIV/0!	0
La	ppm	4	0.107976	0.109648	0.011846	0.007444	0.007353	11	7	7
Ce	ppm	4	0.220698	0.230975	0.038637	0.024281	0.011622	18	11	5

表 15　汎用マグネシウム合金 AZ61 (JSAC 0152) 統計計算結果

	単位	N	*average*	*Median*	$U_{95\%}$	*SD*	*NIQR*	$U_{95\%}$ *CV%*	*CV%class*	*CV%rob*
Li	ppm	11	2.057	2.071	0.276	0.411	0.357	13	20	17
Be	ppm	1	0.001	0.001	#NUM!	#DIV/0!	0.000	#NUM!	#DIV/0!	0
Al	%	18	6.66828	6.60535	0.14110	0.28373	0.16607	2	4	2
Si	%	15	0.0096	0.0099	0.0006	0.0010	0.0010	6	11	10
Ca	ppm	7	4.10	0.57	5.40	5.84	4.86	132	142	119
Mn	%	17	0.382	0.379	0.011	0.022	0.018	3	6	5
Fe	%	17	0.0034	0.0034	0.0002	0.0004	0.0002	6	12	7
Ni	%	12	0.000211	0.000239	0.000050	0.000078	0.000050	24	37	24
Cu	%	14	0.00033	0.00035	0.00004	0.00007	0.00005	12	21	16
Zn	%	18	0.9348	0.9230	0.0225	0.0452	0.0383	2	5	4
Ga	ppm	10	12.28	12.04	1.17	1.63	1.25	10	13	10
Ge	ppm	4	13.466	3.412	35.818	22.510	11.348	266	167	84
Se	ppm	4	0.961	0.619	1.767	1.110	0.889	184	116	92
Zr	ppm	3	0.034	0.030	0.043	0.017	0.013	126	51	37
Pd	ppm	1	0.040	0.040	#NUM!	#DIV/0!	0.000	#NUM!	#DIV/0!	0
La	ppm	8	0.426	0.440	0.031	0.037	0.032	7	9	7
Ce	ppm	7	0.631	0.674	0.112	0.122	0.048	18	19	8
Pb	ppm	8	2.43	2.38	0.56	0.67	0.84	23	28	34

ICP-QMS のみ

	単位	N	*average*	*Median*	$U_{95\%}$	*SD*	*NIQR*	$U_{95\%}$ *CV%*	*CV%class*	*CV%rob*
Ge	ppm	1	0.020	0.020	#NUM!	#DIV/0!	0.000	#NUM!	#DIV/0!	0.0
Se	ppm	2	0.159	0.159	0.792	0.088	0.046	498	55	29
Zr	ppm	2	0.025	0.025	0.071	0.008	0.004	287	32	17
Pd	ppm	1	0.040	0.040	#NUM!	#DIV/0!	0.000	#NUM!	#DIV/0!	0.0
La	ppm	4	0.436	0.442	0.035	0.022	0.015	8.0	5.0	3.4
Ce	ppm	5	0.668	0.674	0.061	0.049	0.010	9	7	1

表 16 汎用マグネシウム合金 AZ91 (JSAC 0153) 統計計算結果

	単位	N	*average*	*Median*	$U_{95\%}$	*SD*	*NIQR*	$U_{95\%}$ *CV%*	*CV%class*	*CV%rob*
Li	ppm	1	0.014	0.014	#NUM!	#DIV/0!	0.000	#NUM!	#DIV/0!	0
Be	ppm	11	7.629	7.381	0.907	1.350	0.973	12	18	13
Al	%	18	8.80235	8.76912	0.16144	0.32463	0.12304	2	4	1
Si	%	15	0.0249	0.0250	0.0018	0.0033	0.0032	7	13	13
Ca	ppm	5	5.09	1.50	10.16	8.18	2.84	200	161	56
Mn	%	17	0.259	0.255	0.011	0.021	0.022	4	8	8
Fe	%	14	0.00043	0.00039	0.00010	0.00018	0.00015	24	41	35
Ni	%	12	0.000359	0.000371	0.000051	0.000081	0.000050	14	22	14
Cu	%	18	0.00110	0.00111	0.00005	0.00011	0.00012	5	10	11
Zn	%	18	0.7294	0.7289	0.0142	0.0286	0.0288	2	4	4
Ga	ppm	11	11.37	11.40	0.70	1.04	0.89	6	9	8
Ge	ppm	4	10.458	4.517	24.155	15.180	8.953	231	145	86
Se	ppm	4	1.225	0.915	2.314	1.454	1.456	189	119	119
Zr	ppm	3	0.147	0.011	0.603	0.243	0.157	409	165	107
Pd	ppm	1	0.042	0.042	#NUM!	#DIV/0!	0.000	#NUM!	#DIV/0!	0
La	ppm	13	12.188	12.205	0.664	1.098	0.832	5	9	7
Ce	ppm	13	17.234	17.565	1.126	1.863	1.170	7	11	7
Pb	ppm	8	3.57	3.43	0.53	0.63	0.85	15	18	24

ICP-QMS のみ

	単位	N	*average*	*Median*	$U_{95\%}$	*SD*	*NIQR*	$U_{95\%}$ *CV%*	*CV%class*	*CV%rob*
Ge	ppm	1	0.0168	0.0168	#NUM!	#DIV/0!	0.0000	#NUM!	#DIV/0!	0
Se	ppm	2	0.0599	0.0599	0.7057	0.0785	0.0412	1178	131	69
Zr	ppm	2	0.0073	0.0073	0.0430	0.0048	0.0025	591	66	34
Pd	ppm	1	0.0417	0.0417	#NUM!	#DIV/0!	0.0000	#NUM!	#DIV/0!	0
La	ppm	5	12.599	12.525	0.677	0.545	0.523	5	4	4
Ce	ppm	5	18.006	17.565	0.894	0.720	0.489	5	4	3

表 17 汎用マグネシウム合金 AM60 (JSAC 0154) 統計計算結果

	単位	N	*average*	*Median*	$U_{95\%}$	*SD*	*NIQR*	$U_{95\%}$ *CV%*	*CV%class*	*CV%rob*
Li	ppm	2	0.012	0.012	0.125	0.014	0.007	1040	116	61
Be	ppm	1	0.004	0.004	#NUM!	#DIV/0!	0.000	#NUM!	#DIV/0!	0
Al	%	17	6.00604	6.00050	0.07606	0.14793	0.14510	1	2	2
Si	%	15	0.0264	0.0270	0.0012	0.0022	0.0025	5	8	10
Ca	ppm	6	2.85	1.11	4.17	3.98	1.70	146	139	60
Mn	%	17	0.299	0.297	0.007	0.013	0.015	2	4	5
Fe	%	17	0.0012	0.0013	0.0001	0.0002	0.0001	8	15	11
Ni	%	13	0.000437	0.000474	0.000070	0.000115	0.000065	16	26	15
Cu	%	15	0.00072	0.00073	0.00005	0.00008	0.00009	6	12	12
Zn	%	16	0.0141	0.0140	0.0005	0.0009	0.0010	4	7	7
Ga	ppm	10	12.38	12.46	0.78	1.09	0.94	6	9	8
Ge	ppm	4	11.479	4.001	28.421	17.861	10.137	248	156	88
Se	ppm	4	0.980	0.523	1.952	1.227	0.822	199	125	84
Zr	ppm	3	0.019	0.010	0.049	0.020	0.013	253	102	69
Pd	ppm	1	0.067	0.067	#NUM!	#DIV/0!	0.000	#NUM!	#DIV/0!	0
La	ppm	5	0.188	0.189	0.014	0.012	0.006	8	6	3
Ce	ppm	6	0.375	0.338	0.107	0.102	0.056	29	27	15
Pb	ppm	11	13.13	13.23	1.02	1.51	0.96	8	12	7

ICP-QMS のみ

	単位	N	*average*	*Median*	$U_{95\%}$	*SD*	*NIQR*	$U_{95\%}$ *CV%*	*CV%class*	*CV%rob*
Ge	ppm	1	0.0145	0.0145	#NUM!	#DIV/0!	0	#NUM!	#DIV/0!	0
Se	ppm	2	0.169303	0.169303	0.693791	0.07722	0.040477	410	46	24
Zr	ppm	2	0.008036	0.008036	0.025002	0.002783	0.001459	311	35	18
Pd	ppm	1	0.06729	0.06729	#NUM!	#DIV/0!	0	#NUM!	#DIV/0!	0
La	ppm	4	0.184476	0.18715	0.015832	0.009949	0.006557	9	5	4
Ce	ppm	4	0.317453	0.330725	0.055476	0.034864	0.018183	17	11	6

4.6 認証値の決定

認証値は，下記の 17 試験機関の参加による共同実験結果を統計処理して得られたものである。ディスク試料の端周部 5 mm を除いてチッピングし，採取した 10 g を共同実験試料とした。ランダムに選んだ試料（ディスク別）を各試験機関に配付した。誘導結合プラズマ発光分光分析法については JIS K 0116 [文献 6)]に準拠し，サンプリングや試料処理ついては，JIS H 1331 [文献 7)]及びその引用規格に準拠した。

報告された 17 試験機関の分析値から Grubbs 検定によって外れ値を棄却した後の，平均値を認証値とした。Grubbs 検定は 99 % 信頼の水準のもと行った。不確かさは，認証値を決定するための共同実験で得られた平均値の 95 % 信頼限界であり，$(t \times SD)/\sqrt{N}$で計算して求めた（t: t 分布表による）。なお，均質性評価及び共同実験において相対標準偏差が 20 % を超え，50 % 以下について，平均値は参考値とした。採用データ数が 3 から 6， 相対標準偏差が 100 % 以下の元素について， 平均値を参照値とした。ICP-QMS 測定のみでも相対標準偏差が 100 % 以下の元素について，平均値を参照値とした。表 18 ，表 19 ，表 20 及び表 21 に認証値をそれぞれ示した。

表 18　汎用マグネシウム合金認証標準物質 JAC 0151 認証値表

元素	認証値±不確かさ 質量分率%	所間標準偏差 SD	採用データ数 N	分析方法
Al	3.2 ± 0.1	0.1	18	①,②,③
Mn	0.46 ± 0.01	0.02	17	①,②,③
Zn	0.79 ± 0.02	0.03	18	①,②,③
元素	認証値±不確かさ μg/g	所間標準偏差 SD	採用データ数 N	分析方法
Si	174 ± 10	18	16	①,②,③
Ca	(1.4)*2	—	5	①,②
Fe	42 ± 2	4	16	①,②,③
Ni	(1.2)*1	—	10	①,②
Cu	(2.7)*1	—	13	①,②,③
Ga	5.7 ± 0.5	0.7	11	①,②
Se	(0.13)*2	—	2	①
La	(0.12)*2	—	4	①,②
Ce	(0.22)*2	—	4	①,②
Pb	(2.8)*1	—	8	①,②,③

*1：(数値) は参考値, *2：(数値) は参照値,
分析方法
①:誘導結合プラズマ四重極型質量分析法 (ICP-QMS),②:誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-AES),
③：蛍光 X 線分析法 (XRF)

表 19　汎用マグネシウム合金認証標準物質 JAC 0152 認証値表

元素	認証値±不確かさ 質量分率%	所間標準偏差 SD	採用データ数 N	分析方法
Al	6.7 ± 0.1	0.3	18	①,②,③
Mn	0.38 ± 0.01	0.02	17	①,②,③
Zn	0.93 ± 0.02	0.05	17	①,②,③
元素	認証値±不確かさ μg/g	所間標準偏差 SD	採用データ数 N	分析方法
Li	2.1 ± 0.3	0.4	11	①,②
Si	96 ± 6	10	15	①,②,③
Fe	34 ± 2	4	17	①,②,③
Ni	(2.1)*1	—	12	①,②,③
Cu	(3.3)*1	—	14	①,②,③
Ga	12 ± 1	2	10	①,②
Se	(0.13)*2	—	2	①
Zr	(0.34)*2	—	2	①,②
La	0.43 ± 0.03	0.04	8	①,②
Ce	0.63 ± 0.01	0.12	7	①,②
Pb	(2.4)*1	—	8	①,②,③

*1：(数値) は参考値, *2：(数値) は参照値,
分析方法
①:誘導結合プラズマ四重極型質量分析法 (ICP-QMS),②:誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-AES),
③：蛍光 X 線分析法 (XRF)

表 20　汎用マグネシウム合金認証標準物質 JAC 0153 認証値表

元素	認証値±不確かさ 質量分率%	所間標準偏差 SD	採用データ数 N	分析方法
Al	8.8 ± 0.2	0.3	18	①,②,③
Mn	0.26 ± 0.01	0.02	17	①,②,③
Zn	0.73 ± 0.01	0.03	18	①,②,③
元素	認証値±不確かさ μg/g	所間標準偏差 SD	採用データ数 N	分析方法
Be	7.6 ± 0.9	1.4	11	①,②
Si	249 ± 18	33	15	①,②,③
Fe	(4.3)*1	—	14	①,②,③
Ni	(3.6)*1	—	12	①,②,③
Cu	11 ± 1	1	18	①,②,③
Ga	11 ± 1	1	11	①,②
Zr	(0.0073)*2	—	2	①
La	12 ± 1	2	13	①,②,③
Ce	17 ± 1	2	13	①,②,③
Pb	3.6 ± 0.5	0.6	8	①,②,③

*1：(数値) は参考値, *2：(数値) は参照値,
分析方法
①:誘導結合プラズマ四重極型質量分析法 (ICP-QMS),②:誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-AES),
③：蛍光 X 線分析法 (XRF)

表 21　汎用マグネシウム合金認証標準物質 JAC 0154 認証値表

元素	認証値±不確かさ 質量分率%	所間標準偏差 SD	採用データ数 N	分析方法
Al	6.0 ± 0.1	0.1	17	①,②,③
Mn	0.30 ± 0.01	0.01	17	①,②,③
Zn	0.0141 ± 0.0005	0.0009	16	① ,②,③
元素	認証値±不確かさ μg/g	所間標準偏差 SD	採用データ数 N	分析方法
Si	267 ± 10	18	16	①,②,③
Fe	12 ± 2	2	17	①,②,③
Ni	(4.3)*1	—	14	①,②,③
Cu	7.1 ± 0.4	0.7	15	①,②,③
Ga	12 ± 1	1	10	①,②
Se	(0.17)*2	—	2	①
Zr	(0.0080)*2	—	2	①
La	(0.19)*1	—	4	①,②
Ce	(0.38)*1	—	4	①,②
Pb	13 ± 1	2	11	①,②,③

*1：(数値) は参考値, *2：(数値) は参照値,
分析方法
①:誘導結合プラズマ四重極型質量分析法 (ICP-QMS),②:誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-AES),
③：蛍光 X 線分析法 (XRF)

4.7 認証値の利用の仕方

4.7.1 認証値の不確かさと所間標準偏差の関係

この認証書には認証値の不確かさと所間（室間）標準偏差（*SD*）とが示されている。所間標準偏差は認証値決定のために共同実験に参加した試験機関の測定値（異常値を除

いた後）の平均値を基準として求めた標準偏差である。

認証値の後に±を付けて記された不確かさは，平均値（認証値）の 95 %信頼区間($U_{95\%}$)の値で，下記の式から求めたものである。

$$U_{95\%} = t \times (SD)/\sqrt{N} \qquad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (1)$$

ここで

t ： t 分布表による

SD ： 所間標準偏差

N ： データを採用した試験機関数

不確かさと所間標準偏差の違いを N が 20 の場合を例として図 4 に示す。図中で曲線 a は，平均値を 0 の位置とし，SD を 1 として，その SD を σ として求めた正規分布である。曲線 b は，N が 20 の場合に $t = 2.093$ であるため，$U_{95\%}$(=2 σ)が約 0.470 となり，平均値を 0 の位置とし，$U_{95\%}$ の 1/2 を σ として描いた正規分布である。なお，図中の横軸は SD の倍数 k を目盛りとした。

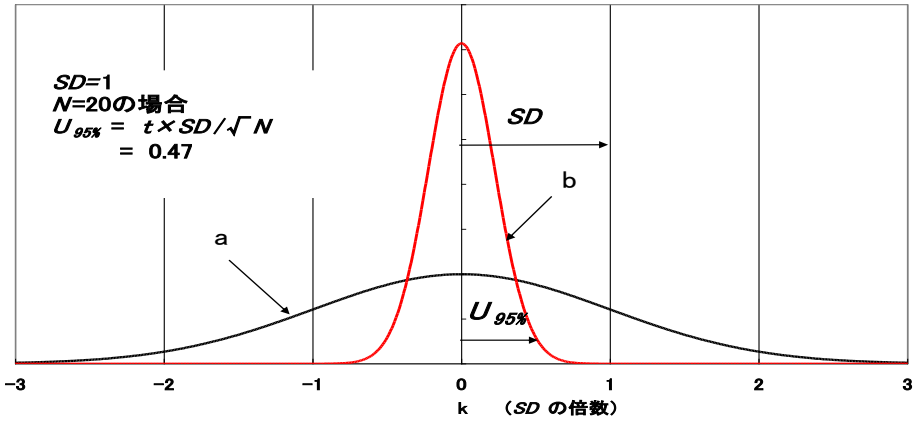


図 4　SD と $U_{95\%}$ の 1/2 を標準偏差 σ として描いた正規分布

この図における $U_{95\%}$の分布は，共同実験における平均値（認証値）の不確かさの分布であるので，この標準物質のユーザーがそれを分析した場合にその結果がこの不確かさの範囲に入ることを要求するものではない。

4.7.2 所間標準偏差を利用する場合

一般に，試験機関において標準物質を分析すると，認証値との差が所間標準偏差の 2 倍以内にあることが望ましい。これは，例えば技能試験で z スコアの絶対値が 2 以下に入ることと同等である。

z スコア ＝（試験機関の値－認証値）／所間標準偏差　・・・・・・(2)

7 試験機関（A-G）が 4 回にわたり実施した共同実験結果の z スコアの例を図 5，6 に示す。図 5 はある類似の測定の 4 回にわたる共同実験において，結果が良好であった 7

試験機関(A～G)の測定値の z スコア値と試験回数との関係をそのままプロットしたものである。いずれの試験機関も z スコアの絶対値が 2 以下であるが，必ずしも付与値の不確かさの範囲内には入っていない。

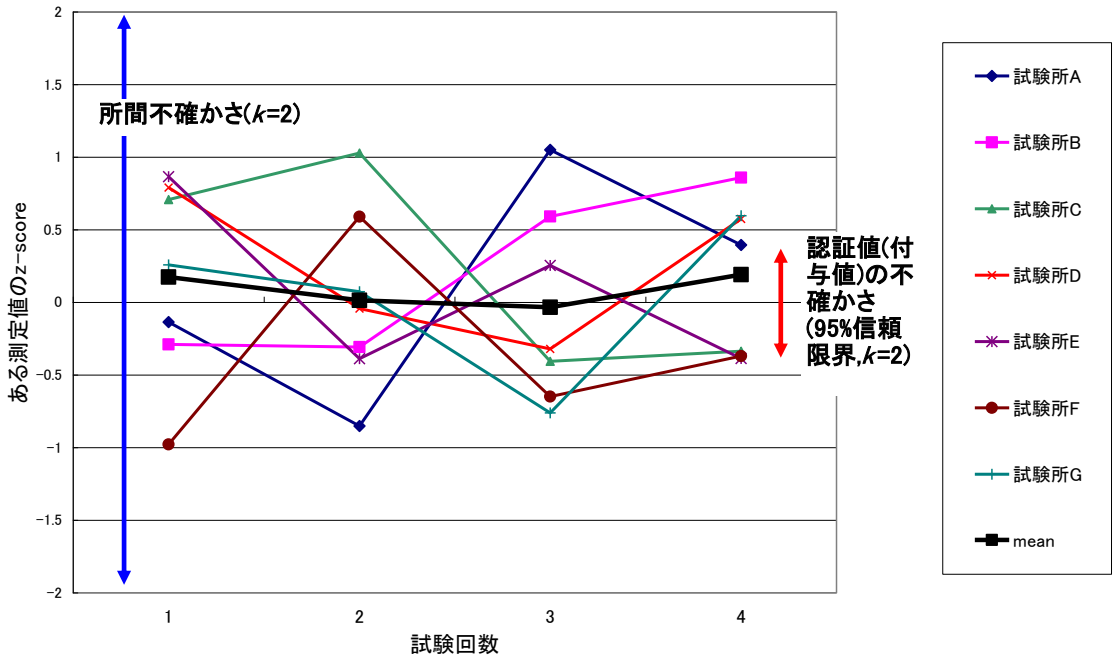


図 5　共同実験における各試験機関のある測定値の z スコアの例

4.7.3 認証値の不確かさを利用する場合

しかし，一つの試験機関で長期間にわたり，分析を行なった場合の累積平均値は認証値との差が所間標準偏差の 2 倍以内にあるだけでは不十分で，95 %信頼区間（不確かさ）内に入ることが望ましい。そうでない場合は，その試験機関はバイアスを持っていると考えるのが妥当である。これらのことに関して，試験機関における長期（月単位又は年単位）にわたる測定値の平均値と認証値を比較するには En 数を使用するのが便利である。

$$En = (x - X) / (U_x^2 + U_X^2)^{0.5} \quad \cdots\cdots (3)$$

ここで　x ：試験機関の値

X ：認証値

U_x ：試験機関の値の不確かさ

U_X ：認証値の不確かさ

試験機関の値の不確かさは，下記の式で求めることができる。

$$U_x = U_{x95\%} = t \times SD_{WR}/\sqrt{N} \quad \cdots\cdots (4)$$

ここで　t ：t 分布表による

SD_{WR} ：所内標準偏差

N ：採用データ数

注：標準物質の分析は，定期的に行う必要があるとともに特に良好な条件の

みを選ぶのではなく，通常の作業条件を網羅する各種条件を選んで実施する必要がある。

参考：N, t, $\sqrt{N}$ 及び $t/\sqrt{N}$ の関係については，表 11 の t 分布表を参照。

また認証値の不確かさは室間標準偏差を $\sqrt{N}$ で除しているため，試料の不均質性に相当する不確かさより小さいこともあり得る。同一瓶内の非常に接近した試料を併行条件で分析したとき異なった値を示すが，この違いは試料の不均一性と分析そのもののばらつきによって生じるものであり，これを分別することはできない。従って，多くの試料を分析してその平均値と不確かさを求め，認証値とその不確かさとの比較から，分析の精確さを確かめることが必要である。

図 6 は図 5 と同じ試験機関の測定値の z スコア値と試験回数を示すが，試験回数ごとの z スコアの累積平均値をプロットしたものでる。いずれの試験機関も 3 ～ 4 回以降の累積平均値は付与値の不確かさの範囲内にあり，これらの試験機関にはバイアスがないことがわかる。

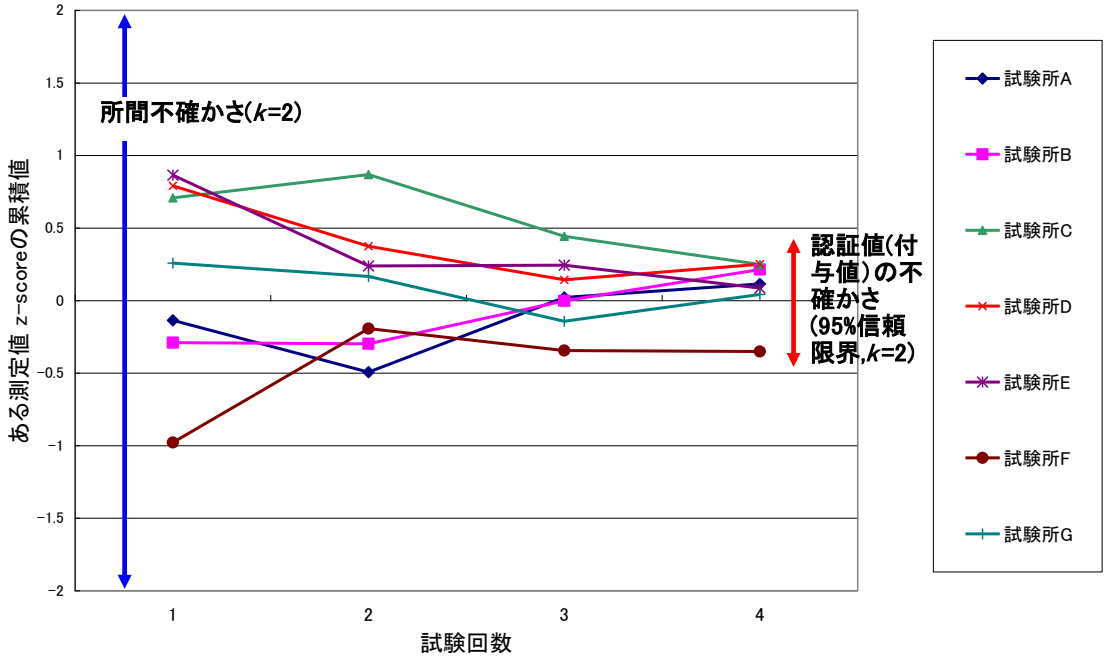


図 6　共同実験における各試験機関のある測定値の z スコア累積値の例

5. 認証書

以上の結果より，微量元素分析用高純度マグネシウム認証標準物質 JSAC 0151, JSAC 0152 , JSAC 0153 及び JSAC 0154 の認証書を作成した。認証書は附属書として本報告の巻末に示した。

6. おわりに

ここに汎用マグネシウム合金認証標準物質 JSAC 0151, JSAC 0152, JSAC 0153 及び JSAC 0154 を開発した。認証内容は参考値，参照値を含め，Li, Be, Al, Si, Ca, Mn, Fe,

Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Se, Zr, La, Ce 及び Pb の 17 成分である。

認証値の決定には，水準の高い試験所群の参加による共同実験方式をとった。業務多端にも拘わらずご協力をたまわった参加試験機関関係諸氏に厚く感謝の意を表したい。

文献

1) JIS H 4203:2018，マグネシウム合金棒及び線

2) ISO 8287:2011，Magnesium and magnesium alloys － Unalloyed magnesium － Chemical composition (MOD)

3)ISO/TS 15338:2009，Surface chemical analysis － Glow discharge mass spectrometry （GD-MS）－ Introduce to use

4) ISO 13528:2015, Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison

5) JIS K 0116:2014，発光分光分析通則

6) JIS H 1331:2018，マグネシウム及びマグネシウム合金 ― 分析用試料採取方法及び分析方法通則

7) ISO 5725 – 2:1994，Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2:Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method

8) ISO Guide 35:2016，Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability

付　属　資　料

付属資料 1.　共同実験参加案内・回答書
付属資料 2.　共同実験試料送付状
付属資料 3.　共同実験実施要領
付属資料 4.　共同実験分析結果報告シート
付属資料 5.　認証書　JSAC 0151
付属資料 6.　認証書　JSAC 0152
付属資料 7.　認証書　JSAC 0153
付属資料 8.　認証書　JSAC 0154

付属資料 1.
試験所　各位

2018 年 10 月 26 日

（公社）日本分析化学会
マグネシウム標準物質作製委員会　委員長
上本　道久

マグネシウム標準物質認証のための共同実験参加のお願い

拝啓
　時下益々ご清祥のこととお喜び申し上げます。
平素は（公社）日本分析化学会の事業にご協力をいただき、厚く御礼申し上げます。

（公社）日本分析化学会では、試験所における分析の信頼性向上や分析結果の精度管理支援のため、種々の認証標準物質の供給や関連分野の技能試験の提供を行ってまいりました。
　この度、マグネシウム協会と協力して新たにマグネシウム金属及び合金中の無機元素分析用認証標準物質を開発することになりました。
　つきましては、マグネシウム協会様よりご紹介をいただき、この分野での共同実験に参加され優秀な結果をおさめるなど、上記分析にすぐれた実績を持たれる貴機関にぜひ本共同実験へのご参加を賜りたくお願い申し上げる次第です。参加された試験所には、協力機関として、認証書や報告書には貴試験所名を記載し、弊学会ウェブサイトに掲載いたします（但し、報告値と貴試験所名はリンクしないことを明記します）。

分析の費用については、標準物質の作製・管理のため、コスト低減にご協力をいただき、無料での参加をお願いしたいと考えております。なお、共同実験に用いた試料とは別に、認証標準物質 1 セットをご提供します。しかし、経済状況が厳しい折から、貴試験所の分析実費をご希望の場合はお見積書の添付のうえ回答書の該当欄に記載をお願いいたします。実際にお支払する費用については、ご相談を含め、試験実施前に改めてご連絡いたします。また、費用を含めての貴試験所に関する上記報告書以外の情報は学会の外部には公開いたしません。

ご回答は、2018 年 11 月 16 日までに、添付の用紙にご記入の上、E-mail にてお送りいただきますようお願いします

敬具

記

1．分析試料

マグネシウム候補標準物質
50mmφ x 20mm t ディスク状　　7 個（7 種）

1－1. 純マグネシウム　3 種
純度 99.9%、
99.95%、
99.99%

1－2. 汎用マグネシウム　4 種
AZ31　(Al 3 %,Zn1 %)
AZ61　(Al 6 %,Zn1 %)
AZ91　(Al 9 %,Zn1 %)
AM60　(Al 6 %, Mn<1%)

２．分析方法

別紙　マグネシウム標準物質の共同実験実施要領による。但し、全元素が分析できなくても結構ですので、その旨コメント欄にご記入ください。

３．試料送付

2018 年 12 月中

４．報告期限

2019 年４月末

以上

（公社）日本分析化学会　標準物質・技能試験委員会事務局
小島　勇夫、大澤　隆雄、柿田　和俊
〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2　五反田サンハイツ 304
ＴＥＬ　　：　03-3490-3351
ＦＡＸ　　：　03-3490-3572
mailto:　crmpt@ml.jsac.or.jp
web site　：http://www.jsac.jp

送付先：e-mail：crmpt@ml.jsac.or.jp
ご回答期限 ：2018 年 11 月 16 日

（公社）日本分析化学会　標準物質・技能試験委員会事務局 宛　　2018 年　年　日

マグネシウム認証標準物質（ディスク状）作製のための
共同実験
参加可否回答書
（回答は 2018 年 11 月 16 日までに、E-mail または Fax. でお願いします）

1. 共同実験に　　**①参加する（無料）**
　　②参加する（自社見積費用による）
　　③参加しません
　　（いずれかに○）
2. 分析費用　　**②の場合は、見積書の提出をお願いします。**

機関名 ＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿

所属部課 ＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿

連絡者のお名前 ＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿

連絡先の住所 ＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿

Tel 番号 ＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿

Fax 番号 ＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿

E-mail アドレス ＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿

【コメント】
＊実施要領に記載の元素・分析方法などその他について、コメントがありましたら、下記にご記載ください。

＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿

＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿

付属資料 2.

2019 年 6 月 24 日

試験分析機関　各位

(公社)日本分析化学会　標準物質委員会
マグネシウム標準物質作製委員会
委員長　上本 道久

マグネシウム標準物質の認証値決定
共同実験用試料送付

平素は当学会の事業にご賛助ご後援を賜わり、厚く御礼申し上げます。
2018 年 9 月に貴試験所に共同実験のお願いをご案内したところ、ご快諾をいただきありがとうございます。ご案内時の予定より、試料の送付が遅れたことお詫びいたします。

試料加工の影響を少なくするため、不二ライトメタル様で一括してチップ加工を行い、共同実験用試料としてお送りいたしました。

共同実験実施要領及び報告シートをお送りしますので、この要領に従って分析をお願いいたします。

下記手順で分析結果のご報告をいただき、標準物質委員会で分析結果を統計処理・検討したのち、認証値を決定する手順となっております。

敬具

記

共同実験内容は以下のとおりです。

1. 配布試料：マグネシウムチッピング試料　7 種　各　10 グラム
   内訳： 純マグネシウム　3 種，汎用マグネシウム　4 種
2. 分析対象成分：Li, Be, Al, Si, Ca, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Se, Zr, Pd, La, Ce, Pb
3. 試料の濃度水準：添付の共同実験実施要領に記載。
4. 分析方法：添付の共同実験実施要領に記載。
5. 報告内容：上記成分の併行条件下での独立２回の分析値と分析条件。
6. 希望報告期限：2019 年 9 月末日　（期日に遅れる場合はご連絡ください。）

問合せ先
〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2 五反田サンハイツ 304 号
(公社)日本分析化学会　標準物質委員会事務局
E-mail：crmpt@ml.jsac.or.jp　TEL：03-3490-3352　FAX：03-3490-3572

付属資料 3.

2019 年 6 月 24 日

マグネシウム認証標準物質の認証値決定
共同実験実施要領

(公社)日本分析化学会　標準物質委員会
マグネシウム標準物質作製委員会
委員長　上本 道久

１．分析試料

マグネシウムチッピング試料 10 グラム　：７種

内訳：純マグネシウム　３種

純度 99.9%、
99.95%、
99.99%

汎用マグネシウム　４種

AZ31　(Al 3 %,Zn1 %)
AZ61　(Al 6 %,Zn1 %)
AZ91　(Al 9 %,Zn1 %)
AM60　(Al 6 %, Mn<1%)

２．分析対象元素　(18 元素)

Li, Be, Al, Si, Ca, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Se, Zr, Pd, La, Ce, Pb

（１）ハッチングされた値は JIS に記載された規格値を示す。
（２）その他の範囲は予備試験からの推定値を示す。
（３）Zr,　Pd については、GD-MS では標記の範囲で検出されましたが、ICP-OES では検出されませんでした。

【 推 定 濃 度 範 囲 】

元素	単位	Mg 99.90%	Mg 99.95%	Mg 99.99%	MgAl3Zn1	MgAl6Zn1	MgAl9Zn1	MgAl6Mn
Li	ppm	0.05～1	<0.1	<0.1	<0.1	0.5～10	<0.1	<0.1
Be	ppm	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	1～50	<0.005
Al	%	<0.02	< 0.015	<0.002	2.4～3.6	5.5～6.5	7.5～9.5	5.0～7.0
Si	%	<0.03	< 0.015	<0.003	<0.10	<0.10	<0.1	<0.1
Ca	ppm	10～200	<30	0.05～1	<400	0.05～1	0.05～1	0.05～1
Mn	%	<0.03	<0.015	<0.002	0.05～1.0	0.15～0.40	0.05～1	0.05～1
Fe	%	<0.04	< 0.005	<0.002	<0.05	<0.005	<0.005	<0.005
Ni	%	<0.001	< 0.001	<0.000 3	<0.005	<0.005	<0.005	<0.1
Cu	%	<0.005	< 0.005	<0.000 3	<0.05	<0.05	<0.005	<0.005
Zn	%	<0.05	< 0.01	<0.003	0.50～1.5	0.50～1.5	0.05～1.5	<0.005
Ga	ppm	0.1～5.0	0.1～5.0	0.1～5.0	1～10	5～30	5～30	<0.1
Ge	ppm	1～10	1～10	1～10	1～10	1～10	1～10	5～30
Se	ppm	< 3	< 3	1～10	< 3	< 3	1～10	1～10
Zr	ppm	< 0.1	< 0.1	< 0.1	5～30	5～30	5～30	< 3
Pd	ppm	< 0.2	< 0.2	< 0.2	10～50	10～50	10～50	< 0.1
La	ppm	<0.1	0.05～1	<0.1	0.05～1	0.05～1	5～30	0.05～1
Ce	ppm	0.05～1	0.05～1	<0.1	0.05～1	0.05～1.5	5～30	0.05～1
Pb	ppm	<100	<50	<20	1～10	1～10	1～10	5～30

３．試料の前処理方法及び分析方法

下記 JIS のマグネシウム分析方法及びそれに準じた方法による。また貴試験機関で通常実施している分析方法でも差し支えありません。ICP-MS をお持ちの試験機関は優先していただきたく存じます。

分析方法と分析条件は添付報告シートに記載してください。

JIS H 0301　非鉄金属地金のサンプリング、試料調製及び分析検査通則
JIS H 1332　マグネシウム及びマグネシウム合金中のアルミニウム定量方法
JIS H 1333　マグネシウム及びマグネシウム合金中の亜鉛定量方法
JIS H 1334　マグネシウム及びマグネシウム合金中のマンガン定量方法
JIS H 1335　マグネシウム及びマグネシウム合金中のけい素定量方法
JIS H 1336　マグネシウム及びマグネシウム合金中の銅定量方法
JIS H 1337　マグネシウム及びマグネシウム合金中のニッケル定量方法
JIS H 1338　マグネシウム及びマグネシウム合金中の鉄定量方法
JIS H 1339　マグネシウム及びマグネシウム合金中のベリリウム定量方法
JIS H 1340　マグネシウム及びマグネシウム合金中のジルコニウム定量方法
JIS H 1341　マグネシウム及びマグネシウム合金中のカルシウム定量方法
JIS H 1343　マグネシウム及びマグネシウム合金中の鉛定量方法
下記成分は対象外ですが、参考にして下さい。
JIS H 1342　マグネシウム及びマグネシウム合金中のすず定量方法
JIS H 1344　マグネシウム及びマグネシウム合金中のカドミウム定量方法

４．分析回数（報告データ数）

配布された試料から分析に必要な試料 2 点を分取し分析を行ない報告する。各々２個の分析は併行条件*で行う。

***注**：併行条件とは、同一と見なせるような測定試料について，同じ方法を用い，同じ試験室で，同じオペレータが，同じ装置を用いて，短時間のうちに独立な測定結果を得る測定の条件のことである（ISO 5725 JIS Z 8402）。

５．分析結果の桁数、及び分析結果の報告先

（１）報告数値の桁数は、有効数字 5 桁目を四捨五入して 4 桁とします（統計処理のため）。

（２）分析結果は、添付する電子ファイルの分析結果報告シートに採用した分析方法とともに記入し、そのファイルをメールに添付して crmpt@ml.jsac.or.jp までお送りください。

６．報告期限

2019 年 9 月末

（公社）日本分析化学会　標準物質・技能試験委員会事務局
小島　勇夫、大澤　隆雄、柿田　和俊
〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2　五反田サンハイツ 304
ＴＥＬ　：　03-3490-3352　　ＦＡＸ　：　03-3490-3572
mail to:　crmpt@ml.jsac.or.jp　　web site　：http://www.jsac.jp

付属資料 ４．

マグネシウム標準物質

共同実験分析結果報告シート表紙

試験所番号（事務局にて記載）	
試験機関名	
部課名	
担当者名	
TEL	
FAX	
E-mail	

試料受領年月日	年　月　日
分析開始年月日	年　月　日
報告年月日	年　月　日

配布試料 3 種類	配布試料番号
純マグネシウム　99.9%	
純マグネシウム　99.95%	
純マグネシウム　99.99%	
汎用マグネシウム　AZ31	
汎用マグネシウム　AZ61	
汎用マグネシウム　AZ91	
汎用マグネシウム　AM60	

コメント（試験方法の変更内容やその他お気づきの点をご記入下さい）	

分析結果報告シートNo4　　試料　0

試験機関名		0					分析方法
試験所番号	0	ブランク値		分析値（ブランクを差し引いた値）			
成分		1	2	1	2	平均値	
汎用マグネシウム　AZ31	Li	ppm					#DIV/0!	
	Be	ppm					#DIV/0!	
	Al	%					#DIV/0!	
	Si	%					#DIV/0!	
	Ca	ppm					#DIV/0!	
	Mn	%					#DIV/0!	
	Fe	%					#DIV/0!	
	Ni	%					#DIV/0!	
	Cu	%					#DIV/0!	
	Zn	%					#DIV/0!	
	Ga	ppm					#DIV/0!	
	Ge	ppm					#DIV/0!	
	Se	ppm					#DIV/0!	
	Zr	ppm					#DIV/0!	
	Pd	ppm					#DIV/0!	
	La	ppm					#DIV/0!	
	Ce	ppm					#DIV/0!	
	Pb	ppm					#DIV/0!	

		試料1分析日	試料2分析日
0	Li	年　月　日	年　月　日
	Be	年　月　日	年　月　日
	Al	年　月　日	年　月　日
	Si	年　月　日	年　月　日
	Ca	年　月　日	年　月　日
	Mn	年　月　日	年　月　日
	Fe	年　月　日	年　月　日
	Ni	年　月　日	年　月　日
	Cu	年　月　日	年　月　日
	Zn	年　月　日	年　月　日
	Ga	年　月　日	年　月　日
	Ge	年　月　日	年　月　日
	Se	年　月　日	年　月　日
	Zr	年　月　日	年　月　日
	Pd	年　月　日	年　月　日
	La	年　月　日	年　月　日
	Ce	年　月　日	年　月　日
	Pb	年　月　日	年　月　日

分析法略称

下記の略称を左の分析方法の欄に記載してください。

・ICP-MS(QP)	ICP質量分析（四重極）
・ICP-MS（DF）	ICP質量分析（二重収束）
・ID-ICP-MS(QP)	同位体希釈ICP質量分析（四重極）
・ID-ICP-MS（DF）	同位体希釈ICP質量分析（二重収束）
・ICP-AES	ICP発光分光分析
・HG-ICP-AES	水素化物発生ICP発光分光分析
・FAAS	フレーム原子吸光法
・HG-AAS	水素化物発生原子吸光法
・ETAAS	電気加熱原子吸光法

その他は名称をご記入下さい。

分析結果報告シートNo5　　試料　0

試験機関名		0					分析方法
試験所番号	0	ブランク値		分析値（ブランクを差し引いた値）			
成分		1	2	1	2	平均値	
汎用マグネシウム　AZ61	Li	ppm					#DIV/0!	
	Be	ppm					#DIV/0!	
	Al	%					#DIV/0!	
	Si	%					#DIV/0!	
	Ca	ppm					#DIV/0!	
	Mn	%					#DIV/0!	
	Fe	%					#DIV/0!	
	Ni	%					#DIV/0!	
	Cu	%					#DIV/0!	
	Zn	%					#DIV/0!	
	Ga	ppm					#DIV/0!	
	Ge	ppm					#DIV/0!	
	Se	ppm					#DIV/0!	
	Zr	ppm					#DIV/0!	
	Pd	ppm					#DIV/0!	
	La	ppm					#DIV/0!	
	Ce	ppm					#DIV/0!	
	Pb	ppm					#DIV/0!	

分析法略称

下記の略称を左の分析方法の欄に記載してください。

- ICP-MS(QP)　ICP質量分析（四重極）
- ICP-MS（DF）　ICP質量分析（二重収束）
- ID-ICP-MS(QP)　同位体希釈ICP質量分析（四重極）
- ID-ICP-MS（DF）　同位体希釈ICP質量分析（二重収束）
- ICP-AES　ICP発光分光分析
- HG-ICP-AES　水素化物発生ICP発光分光分析
- FAAS　フレーム原子吸光法
- HG-AAS　水素化物発生原子吸光法
- ETAAS　電気加熱原子吸光法

その他は名称をご記入下さい。

		試料1分析日	試料2分析日
0	Li	年　月　日	年　月　日
	Be	年　月　日	年　月　日
	Al	年　月　日	年　月　日
	Si	年　月　日	年　月　日
	Ca	年　月　日	年　月　日
	Mn	年　月　日	年　月　日
	Fe	年　月　日	年　月　日
	Ni	年　月　日	年　月　日
	Cu	年　月　日	年　月　日
	Zn	年　月　日	年　月　日
	Ga	年　月　日	年　月　日
	Ge	年　月　日	年　月　日
	Se	年　月　日	年　月　日
	Zr	年　月　日	年　月　日
	Pd	年　月　日	年　月　日
	La	年　月　日	年　月　日
	Ce	年　月　日	年　月　日
	Pb	年　月　日	年　月　日

分析結果報告シートNo6　　試料　0

試験機関名		0					分析方法
試験所番号	0	ブランク値		分析値（ブランクを差し引いた値）			
成分		1	2	1	2	平均値	
汎用マグネシウム　AZ91	Li	ppm					#DIV/0!	
	Be	ppm					#DIV/0!	
	Al	%					#DIV/0!	
	Si	%					#DIV/0!	
	Ca	ppm					#DIV/0!	
	Mn	%					#DIV/0!	
	Fe	%					#DIV/0!	
	Ni	%					#DIV/0!	
	Cu	%					#DIV/0!	
	Zn	%					#DIV/0!	
	Ga	ppm					#DIV/0!	
	Ge	ppm					#DIV/0!	
	Se	ppm					#DIV/0!	
	Zr	ppm					#DIV/0!	
	Pd	ppm					#DIV/0!	
	La	ppm					#DIV/0!	
	Ce	ppm					#DIV/0!	
	Pb	ppm					#DIV/0!	

		試料1分析日	試料2分析日
0	Li	年　月　日	年　月　日
	Be	年　月　日	年　月　日
	Al	年　月　日	年　月　日
	Si	年　月　日	年　月　日
	Ca	年　月　日	年　月　日
	Mn	年　月　日	年　月　日
	Fe	年　月　日	年　月　日
	Ni	年　月　日	年　月　日
	Cu	年　月　日	年　月　日
	Zn	年　月　日	年　月　日
	Ga	年　月　日	年　月　日
	Ge	年　月　日	年　月　日
	Se	年　月　日	年　月　日
	Zr	年　月　日	年　月　日
	Pd	年　月　日	年　月　日
	La	年　月　日	年　月　日
	Ce	年　月　日	年　月　日
	Pb	年　月　日	年　月　日

分析法略称

下記の略称を左の分析方法の欄に記載してください。

・ICP-MS(QP)	ICP質量分析（四重極）
・ICP-MS（DF）	ICP質量分析（二重収束）
・ID-ICP-MS(QP)	同位体希釈ICP質量分析（四重極）
・ID-ICP-MS（DF）	同位体希釈ICP質量分析（二重収束）
・ICP-AES	ICP発光分光分析
・HG-ICP-AES	水素化物発生ICP発光分光分析
・FAAS	フレーム原子吸光法
・HG-AAS	水素化物発生原子吸光法
・ETAAS	電気加熱原子吸光法

その他は名称をご記入下さい。

分析結果報告シートNo7　　試料　0

試験機関名		0					分析方法
試験所番号	0	ブランク値		分析値（ブランクを差し引いた値）			
成分		1	2	1	2	平均値	
汎用マグネシウム　AM60	Li	ppm					#DIV/0!	
	Be	ppm					#DIV/0!	
	Al	%					#DIV/0!	
	Si	%					#DIV/0!	
	Ca	ppm					#DIV/0!	
	Mn	%					#DIV/0!	
	Fe	%					#DIV/0!	
	Ni	%					#DIV/0!	
	Cu	%					#DIV/0!	
	Zn	%					#DIV/0!	
	Ga	ppm					#DIV/0!	
	Ge	ppm					#DIV/0!	
	Se	ppm					#DIV/0!	
	Zr	ppm					#DIV/0!	
	Pd	ppm					#DIV/0!	
	La	ppm					#DIV/0!	
	Ce	ppm					#DIV/0!	
	Pb	ppm					#DIV/0!	

分析法略称

下記の略称を左の分析方法の欄に記載してください。

- ICP-MS(QP)　ICP質量分析（四重極）
- ICP-MS（DF）　ICP質量分析（二重収束）
- ID-ICP-MS(QP)　同位体希釈ICP質量分析（四重極）
- ID-ICP-MS（DF）　同位体希釈ICP質量分析（二重収束）
- ICP-AES　ICP発光分光分析
- HG-ICP-AES　水素化物発生ICP発光分光分析
- FAAS　フレーム原子吸光法
- HG-AAS　水素化物発生原子吸光法
- ETAAS　電気加熱原子吸光法

その他は名称をご記入下さい。

		試料1分析日	試料2分析日
0	Li	年　月　日	年　月　日
	Be	年　月　日	年　月　日
	Al	年　月　日	年　月　日
	Si	年　月　日	年　月　日
	Ca	年　月　日	年　月　日
	Mn	年　月　日	年　月　日
	Fe	年　月　日	年　月　日
	Ni	年　月　日	年　月　日
	Cu	年　月　日	年　月　日
	Zn	年　月　日	年　月　日
	Ga	年　月　日	年　月　日
	Ge	年　月　日	年　月　日
	Se	年　月　日	年　月　日
	Zr	年　月　日	年　月　日
	Pd	年　月　日	年　月　日
	La	年　月　日	年　月　日
	Ce	年　月　日	年　月　日
	Pb	年　月　日	年　月　日

マグネシウム標準物質
共同実験分析結果報告シート

装置・分析条件など

試験機関名　　欄にインプットして下さい。

	AAS						ICP-AES				ICP-MS			その他			
成分	装置名	測定波長 nm	検量線法 標準添加法 内標準元素	採用した方法(○を記入)			装置名	測定波長 nm	検量線法 標準添加法 内標準元素	水素化物法 (○を記入)	装置名	測定m/z数	検量線法 標準添加法 内標準元素	分析方法	装置名		
				フレーム法	水素化物法	電気加熱法											
Li																	
Be																	
Al																	
Si																	
Ca																	
Mn																	
Fe																	
Ni																	
Cu																	
Zn																	
Ga																	
Ge																	
Se																	
Zr																	
Pd																	
La																	
Ce																	
Pb																	

このシートはAAS, ICP-AES及びICP-MSを対象としています。それ以外の方法を適用された場合は原理・装置形式等をその他にご記入下さい。

付属資料 5.

The Japan Society for Analytical Chemistry

公益社団法人 日本分析化学会

認 証 書

Certified Reference Material
JSAC 0151

汎用マグネシウム合金認証標準物質
MgAl3Zn1

本標準物質は，アルミニウム (Al)，シリコン (Si)，マンガン (Mn)， 鉄 (Fe)，亜鉛 (Zn) 及びガリウム (Ga)の 6 成分の含有率を認証した汎用マグネシウム合金認証標準物質である。その認証値を不確かさとともに表 1 に示す。ニッケル (Ni)，銅 (Cu) 及び 鉛 (Pb) については，参考値として表 2 に示す。カルシウム (Ca)，ランタン(La)，セリウム (Ce) 及び セレン (Se) については，参照値として表 3 に示す。

本標準物質は，マグネシウムまたはそれと類似したマトリックスをもつ金属試料に含まれるこれらの無機成分の分析に当たり，分析値を認証値と比較することによって分析結果が妥当であるかどうかを判断するのに有用である。試料形状は直径 50 mm，厚さ 20 mm のディスク状であり，アルミニウム袋に真空封入され，プラスチック製の箱に収納されている。

表 1　認証値　　(成分含有率)

成分	認証値 ± 不確かさ 注1)			所間標準偏差 注2) (*SD*)	表示単位	採用データ数 (*N*)	分析方法 本文中 認証値の決定方法 1．参照
Al	3.2	±	0.1	0.1	質量分率 %	18	①,②,③
Si	174	±	10	18	μg/g	16	①,②,③
Mn	0.46	±	0.01	0.02	質量分率 %	17	①,②,③
Fe	42	±	2	4	μg/g	16	①,②,③
Zn	0.79	±	0.02	0.03	質量分率 %	18	①,②,③
Ga	5.7	±	0.5	0.7	μg/g	11	①,②

注 1) 不確かさは認証値決定のための共同実験で得られた平均値の 95％ 信頼限界 ($U_{95\%}$) であり，$(t \times SD)/\sqrt{N}$ で計算した (t：t 分布表による)。

注 2) 標準物質の使用者がその分析値を評価するとき，上記の不確かさのほか，*SD* を考慮するのが妥当である（本認証書付録参照）。

表 2　参考値　　(成分含有率)

成分	参考値	表示単位	採用データ数 (*N*)	分析方法 本文中　認証値の決定方法 1．参照
Ni	1.2	μg/g	10	①, ②
Cu	2.7	μg/g	13	①, ②, ③
Pb	2.8	μg/g	8	①, ②, ③

表 3　参照値　　（成分含有率）

成分	参照値	表示単位
分析方法は，本文中　認証値の決定方法１．記載の①，②による		
Ca	1.4	μg/g
La	0.12	μg/g
Ce	0.22	μg/g
分析方法は，本文中　認証値の決定方法１．記載の①による		
Se	0.13	μg/g

使用上の注意

1. 本標準物質をアルミニウム袋から取り出すときは，できるだけ清浄な環境で行う。直接手で触れないようにする。
2. 化学分析用に切片試料を採取する場合には，ディスク面に直角にボーリングする。その際，あらかじめドリル（直径 10 mm 以下）をエタノールなどで清浄にしておいて，切粉が酸化しない程度の力を与えてボーリングを行う。なお，ドリルに替えて他の切削工具類を用いてもよい。
   微粉末切粉は発火性であるので注意する。
3. 切粉試料の大きさは 10 mm 以下とし，微細粉を除いて集めた後，よく混ぜ合わせてデシケーター中で放冷する。

保管上の注意

1. 本標準物質は，薬品を取り扱う部屋を避け，なるべく清浄な雰囲気の常温の室内で保管する。容器外部からの汚染を防ぐために，容器を箱あるいはプラスチックフィルムバッグに入れておくのが安全である。できればクリーンルームで保管することが望ましい。
2. マグネシウムは他の金属との混ぜ合わせないよう注意する。終了後，アルミニウムに包んで保存する。

計量トレーサビリティ

本標準物質の認証値は，標準液を含む測定の手順について標準物質委員会により十分妥当性が確認された分析方法に従って得られた分析値に基づいており，ISO/IEC Guide 99 [文献 1)] 2.41 項に述べられた「測定方法のトレーサビリティ」を確保している。

標準物質の作製方法

不二ライトメタル（株）にて，JIS H 4203 [文献 2)] / ISO 3116 [文献 3)] に準拠した，Al を 3 % と Zn を 1 % 含むマグネシウム合金を連続鋳造で作製したビレット（直径 177 mm，長さ 400 mm ）を購入し，この段階でトップ及びボトムの中心部及び周辺部からそれぞれ 5 g の試料を採取し，誘導結合プラズマ発光分光分析法で分析し，均質性を確認した。このビレットを押し出し加工により直径 50 mm，長さ 5000 mm の丸棒にした。これから，直径 50 mm，厚さ 20 mm の製品 240 個切り出した。詳細は本標準物質の開発成果報告書[文献 4)] に示す。

均質性の確認

作製した製品のうち，押し出し加工の初端部，中央及び終端部から 3 試料を取り出し，ディス

クの中央部と端部 2 か所をドリル(直径 10 mm 以下)でチッピングし，誘導結合プラズマ発光分光分析法で試料を 2 回分析し，均質性を確認した。中央部からは ISO/TS 15338:2009 文献 5)に記載の報告形式にしたがい，グロー放電質量分析法による 77 元素の定量を行い，微量元素の有無と差し引きの純度を確認した。詳細は本標準物質の開発成果報告書文献 4)に示す。

認証値の決定方法

認証値は, 下記の 17 試験機関の参加による共同実験結果を統計処理して得られたものである。ディスク試料の端周部 5 mm を除いてチッピングし，採取した 10 g を共同実験試料とした。ランダムに選んだ試料（ディスク別）を各試験機関に配付した。誘導結合プラズマ発光分光分析法については JIS K 0116 文献 6)に準拠し，サンプリングや試料処理ついては，JIS H 1331 文献 7)及びその引用規格に準拠した。参加試験機関において適用された分析方法は以下のとおりである。詳細は本標準物質の開発成果報告書文献 4)に示す。

1. 分析方法

   認証値決定に使用された分析方法は下記のとおりで表 1，表 2，表 3 に番号で表示した。

   ①：誘導結合プラズマ四重極型質量分析法 (ICP-QMS)，②：誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-AES)，③：蛍光 X 線分析法 (XRF)

2. 共同実験の実施期間

   共同実験は 2019 年 6 月から 2019 年 12 月の間に行われた。

3. 認証値の決定

   報告された 17 試験機関の分析値から Grubbs 検定によって外れ値を棄却した後の，平均値を認証値とした。Grubbs 検定は 99 % 信頼の水準のもと行った。不確かさは，認証値を決定するための共同実験で得られた平均値の 95 % 信頼限界であり，$(t \times SD)/\sqrt{N}$ で計算して求めた（t: t 分布表による）。認証値を表 1 に，参考値を表 2 に，参照値を表 3 に示した。なお，均質性評価及び共同実験において相対標準偏差が 20 % を超え，50 % 以下について，平均値は参考値とした。採用データ数が 3 から 6， 相対標準偏差が 100 % 以下の元素について， 平均値を参照値とした。ICP-QMS 測定のみでも相対標準偏差が 100 % 以下の元素について，平均値を参照値とした。

認証日　　2020 年 6 月 1 日

認証値決定に協力した試験機関　（五十音順）

・イビデンエンジニアリング株式会社
・地方独立行政法人神奈川県立産業技術総合研究所
・権田金属工業株式会社
・三協立山株式会社 三協マテリアル社
・ＪＦＥテクノリサーチ株式会社
・株式会社島津テクノリサーチ
・中央工産株式会社
・ＴＤＫ株式会社
・株式会社戸畑製作所
・名古屋市工業研究所　材料技術部　環境技術研究室
・名古屋市工業研究所　材料技術部　金属表面技術研究室

・日産アーク株式会社
・一般社団法人日本海事検定協会
・日本金属株式会社
・不二ライトメタル株式会社
・ミツミ電機株式会社
・株式会社リガク

（以上　17 試験機関）

生産及び頒布機関　　公益社団法人　日本分析化学会

試料作製機関　　不二ライトメタル株式会社

均質性試験機関　　国立研究開発法人 物質・材料研究機構

保管機関　　環境テクノス株式会社

認証責任者　　公益社団法人　日本分析化学会
標準物質委員会
委員長　　上本　道久

標準物質委員会

	氏　名	所　属
委員長	上本　道久	明星大学
担当理事	宮野　博	味の素(株)
委　員	平井　昭司	東京都市大学 名誉教授
委　員	中村　利廣	明治大学　名誉教授
委　員	松村　徹	いであ(株)
委　員	上野　博子	(一財)化学物質評価研究機構
委　員	羽成　修康	(国研)産業技術総合研究所
委　員	角田　欣一	東京大学大学院
委　員	佐野　友春	(国研)国立環境研究所
委　員	三浦　正寛	富士フィルム和光純薬(株)
委　員	藤本　京子	ＪＦＥテクノリサーチ(株)
委　員	板橋　大輔	日本製鉄(株)
委　員	進藤 久美子	(国研)農業・食品産業技術総合研究機構
委　員	小沢　洋	三菱マテリアル(株)
事務局	大澤　隆雄	(公社)日本分析化学会
事務局	柿田　和俊	(公社)日本分析化学会
事務局	小島　勇夫	(公社)日本分析化学会

作業委員会：　マグネシウム標準物質作製委員会

	氏　名	所　属
委員長	上本　道久	明星大学
委　員	菊池　鉄男	中央工産(株)
委　員	佐々木美波	不二ライトメタル(株)
委　員	駒井　浩	（一社）日本マグネシウム協会
委　員	中村　利廣	明治大学　名誉教授
委　員	川田　哲	（国研）物質・材料研究機構
委　員	野呂　純二	(株)日産アーク
委　員	藤本　京子	ＪＦＥテクノリサーチ(株)
委　員	板橋　大輔	日本製鉄(株)
委　員	小沢　洋	三菱マテリアル(株)
事務局	小島　勇夫	(公社)日本分析化学会
事務局	大澤　隆雄	(公社)日本分析化学会
事務局	柿田　和俊	(公社)日本分析化学会

文献

1) ISO/IEC Guide 99:2007，International vocabulary of metrology － Basic and general concepts and associated terms (VIM)
2) JIS H 4203:2018，マグネシウム合金棒及び線
3) ISO 3116:2007，Magnesium and magnesium alloys － Wrought and magnesium alloys (MOD)
4) 日本分析化学会編:開発成果報告書 「マグネシウム認証標準物質　JSAC 0141, JSAC 0142, JSAC 0143, JSAC 0151, JSAC 0152, JSAC 0153, JSAC 0154」2020 年（公社）日本分析化学会
＊現在，準備中です。
5) ISO/TS 15338:2009，Surface chemical analysis － Glow discharge mass spectrometry (GD-MS) － Introduce to use
6) JIS K 0116:2014，発光分光分析通則
7) JIS H 1331:2018，マグネシウム及びマグネシウム合金 ― 分析用試料採取方法及び分析方法通則

公益社団法人　日本分析化学会
〒141-0031 東京都品川区西五反田 1 丁目 26-2 五反田サンハイツ 304 号
TEL：03 (3490) 3352　FAX：03 (3490) 3572

付録：　　認証値の不確かさと所間標準偏差について

－その利用上の注意－

この認証書には認証値の不確かさと所間（室間）標準偏差（*SD*）とが示されている。所間標準偏差は認証値決定のために共同実験に参加した試験所の測定値（異常値を除いた後）の平均値を基準として求めた標準偏差である。

認証値の後に±を付けて記された不確かさは、平均値（認証値）の 95%信頼限界（$U_{95\%}$）の値で、下記の式から求めたものである。

$$U_{95\%} = t \times SD / \sqrt{N} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (1)$$

ここで　　t　：スチューデントの t

SD　：　所間標準偏差

N　：　データを採用した試験所数

不確かさと所間標準偏差の違いを N が 20 の場合を例として下図に示す。図中で曲線 a は、平均値を 0 の位置とし、SD を 1 として、その SD を σ として求めた正規分布である。曲線 b は、N が 20 の場合に $t = 2.093$ であるため、$U_{95\%}$（＝2σ）が 約 0.47 となり、平均値を 0 の位置とし、$U_{95\%}$ の 1/2 を σ として描いた正規分布である。なお、図中の横軸は SD の倍数 k を目盛りとした。

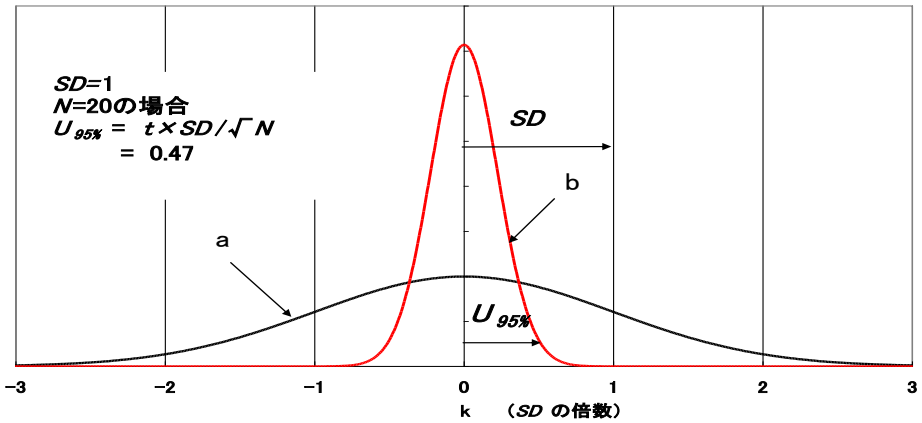


図　SD と $U_{95\%}$ の 1/2 を標準偏差 σ として描いた正規分布

この図における $U_{95\%}$の分布は、共同実験における平均値（認証値）の不確かさの分布であるので、この標準物質のユーザーがそれを分析した場合にその結果がこの不確かさの範囲に入ることを要求するものではない。

一般に、試験所において標準物質を分析したとき、その結果と認証値との差は所間標準偏差の 2 倍（2*SD*）以内にあることが望ましい。これは技能試験において次の(2)式で求める z スコアの絶対値が 2 以下に入ることと同等である。

$$z\text{スコア} = (\text{試験所の得た値} - \text{認証値}) / SD \quad \cdots\cdots\cdots\cdots (2)$$

しかしながら、試験所において長期間にわたり繰り返し分析を行った場合の累積平均値と認証値との差（バイアス）は $U_{95\%}$（不確かさ）以内であることが望ましい。

付属資料 6.

The Japan Society for Analytical Chemistry

公益社団法人 日本分析化学会

認 証 書

Certified Reference Material
JSAC 0152

汎用マグネシウム合金認証標準物質
MgAl6Zn1

本標準物質は，リチウム (Li)，アルミニウム (Al)，シリコン (Si)，マンガン (Mn)，鉄 (Fe)，亜鉛 (Zn)，ガリウム (Ga)，ランタン(La) 及び セリウム (Ce) の 9 成分の含有率を認証した汎用マグネシウム合金認証標準物質である。その認証値を不確かさとともに表 1 に示す。ニッケル (Ni)，銅 (Cu) 及び 鉛 (Pb) については，参考値として表 2 に示す。ジルコニウム (Zr) 及び セレン (Se) については，参照値として表 3 に示す。

本標準物質は，マグネシウムまたはそれと類似したマトリックスをもつ金属試料に含まれるこれらの無機成分の分析に当たり，分析値を認証値と比較することによって分析結果が妥当であるかどうかを判断するのに有用である。試料形状は直径 50 mm，厚さ 20 mm のディスク状であり，アルミニウム袋に真空封入され，プラスチック製の箱に収納されている。

表 1　認証値　　(成分含有率)

成分	認証値 ± 不確かさ 注1)			所間標準偏差 注2) *(SD)*	表示単位	採用データ数 *(N)*	分析方法 本文中 認証値の決定方法 1．参照
Li	2.1	±	0.3	0.4	μg/g	11	①,②
Al	6.7	±	0.1	0.3	質量分率 %	18	①,②,③
Si	96	±	6	10	μg/g	15	①,②,③
Mn	0.38	±	0.01	0.02	質量分率 %	17	①,②,③
Fe	34	±	2	4	μg/g	17	①,②,③
Zn	0.93	±	0.02	0.05	質量分率 %	18	①,②,③
Ga	12	±	1	2	μg/g	10	①,②
La	0.43	±	0.03	0.04	μg/g	8	①,②
Ce	0.63	±	0.11	0.12	μg/g	7	①,②

注 1）不確かさは認証値決定のための共同実験で得られた平均値の 95 % 信頼限界（$U_{95\%}$）であり，$(t \times SD)/\sqrt{N}$ で計算した（t: t 分布表による）。

注 2）標準物質の使用者がその分析値を評価するとき，上記の不確かさのほか，*SD* を考慮するのが妥当である（本認証書付録参照）。

表 2　参考値　　(成分含有率)

成分	参考値	表示単位	採用データ数 *(N)*	分析方法 本文中　認証値の決定方法 1．参照

Ni	2.1	μg/g	12	①, ②, ③
Cu	3.3	μg/g	14	①, ②, ③
Pb	2.4	μg/g	8	①, ②, ③

表 3　参照値　　（成分含有率）

成分	参照値	表示単位
分析方法は，本文中　認証値の決定方法１．記載の①，②による		
Zr	0.034	μg/g
分析方法は，本文中　認証値の決定方法１．記載の①による		
Se	0.16	μg/g

使用上の注意

4. 本標準物質をアルミニウム袋から取り出すときは，できるだけ清浄な環境で行う。直接手で触れないようにする。
5. 化学分析用に切片試料を採取する場合には，ディスク面に直角にボーリングする。その際，あらかじめドリル（直径 10 mm 以下）をエタノールなどで清浄にしておいて，切粉が酸化しない程度の力を与えてボーリングを行う。なお，ドリルに替えて他の切削工具類を用いてもよい。
   微粉末切粉は発火性であるので注意する。
6. 切粉試料の大きさは 10 mm 以下とし，微細粉を除いて集めた後，よく混ぜ合わせてデシケーター中で放冷する。

保管上の注意

1. 本標準物質は，薬品を取り扱う部屋を避け，なるべく清浄な雰囲気の常温の室内で保管する。容器外部からの汚染を防ぐために，容器を箱あるいはプラスチックフィルムバッグに入れておくのが安全である。できればクリーンルームで保管することが望ましい。
2. マグネシウムは他の金属との混ぜ合わせないよう注意する。終了後，アルミニウムに包んで保存する。

計量トレーサビリティ

本標準物質の認証値は，標準液を含む測定の手順について標準物質委員会により十分妥当性が確認された分析方法に従って得られた分析値に基づいており，ISO/IEC Guide 99 [文献 1)] 2.41 項に述べられた「測定方法のトレーサビリティ」を確保している。

標準物質の作製方法

不二ライトメタル（株）にて，JIS H 4203 [文献 2)] / ISO 3116 [文献 3)] に準拠した，Al を 6 % と Zn を 1 % 含むマグネシウム合金を連続鋳造で作製したビレット（直径 177 mm，長さ 400 mm ）を購入し，この段階でトップ及びボトムの中心部及び周辺部からそれぞれ 5 g の試料を採取し，誘導結合プラズマ発光分光分析法で分析し，均質性を確認した。このビレットを押し出し加工により直径 50 mm，長さ 5000 mm の丸棒にした。これから，直径 50 mm，厚さ 20 mm の製品 240 個切り出した。詳細は本標準物質の開発成果報告書[文献 4)] に示す。

均質性の確認

作製した製品のうち，押し出し加工の初端部，中央及び終端部から 3 試料を取り出し，ディスクの中央部と端部 2 か所をドリル(直径 10 mm 以下)でチッピングし，誘導結合プラズマ発光分光分析法で試料を 2 回分析し，均質性を確認した。中央部からは ISO/TS 15338:2009 [文献 5)]に記載の報告形式にしたがい，グロー放電質量分析法による 77 元素の定量を行い，微量元素の有無と差し引きの純度を確認した。詳細は本標準物質の開発成果報告書[文献 4)]に示す。

認証値の決定方法

認証値は, 下記の 17 試験機関の参加による共同実験結果を統計処理して得られたものである。ディスク試料の端周部 5 mm を除いてチッピングし，採取した 10 g を共同実験試料とした。ランダムに選んだ試料（ディスク別）を各試験機関に配付した。誘導結合プラズマ発光分光分析法については JIS K 0116 [文献 6)]に準拠し，サンプリングや試料処理ついては，JIS H 1331 [文献 7)]及びその引用規格に準拠した。参加試験機関において適用された分析方法は以下のとおりである。詳細は本標準物質の開発成果報告書[文献 4)]に示す。

1. 分析方法

   認証値決定に使用された分析方法は下記のとおりで表 1，表 2，表 3 に番号で表示した。

   ①：誘導結合プラズマ四重極型質量分析法 (ICP-QMS)，②：誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-AES)，③：蛍光 X 線分析法 (XRF)

2. 共同実験の実施期間

   共同実験は 2019 年 6 月から 2019 年 12 月の間に行われた。

3. 認証値の決定

   報告された 17 試験機関の分析値から Grubbs 検定によって外れ値を棄却した後の，平均値を認証値とした。Grubbs 検定は 99 % 信頼の水準のもと行った。不確かさは，認証値を決定するための共同実験で得られた平均値の 95 % 信頼限界であり，($t \times SD$)/$\sqrt{N}$ で計算して求めた（t: t 分布表による）。認証値を表 1 に，参考値を表 2 に，参照値を表 3 に示した。なお，均質性評価及び共同実験において相対標準偏差が 20 % を超え，50 % 以下について，平均値は参考値とした。採用データ数が 3 から 6， 相対標準偏差が 100 % 以下の元素について， 平均値を参照値とした。ICP-QMS 測定のみでも相対標準偏差が 100 % 以下の元素について，平均値を参照値とした。

認証日　　2020 年 6 月 1 日

認証値決定に協力した試験機関　（五十音順）

・イビデンエンジニアリング株式会社
・地方独立行政法人神奈川県立産業技術総合研究所
・権田金属工業株式会社
・三協立山株式会社 三協マテリアル社
・ＪＦＥテクノリサーチ株式会社
・株式会社島津テクノリサーチ
・中央工産株式会社
・ＴＤＫ株式会社
・株式会社戸畑製作所
・名古屋市工業研究所　材料技術部　環境技術研究室

・名古屋市工業研究所　材料技術部　金属表面技術研究室
・日産アーク株式会社
・一般社団法人日本海事検定協会
・日本金属株式会社
・不二ライトメタル株式会社
・ミツミ電機株式会社
・株式会社リガク

（以上　17 試験機関）

生産及び頒布機関　　公益社団法人　日本分析化学会

試料作製機関　　不二ライトメタル株式会社

均質性試験機関　　国立研究開発法人 物質・材料研究機構

保管機関　　環境テクノス株式会社

認証責任者　　公益社団法人　日本分析化学会
標準物質委員会
委員長　　上本　道久

標準物質委員会

	氏　名	所　属
委員長	上本　道久	明星大学
担当理事	宮野　博	味の素(株)
委　員	平井　昭司	東京都市大学 名誉教授
委　員	中村　利廣	明治大学　名誉教授
委　員	松村　徹	いであ(株)
委　員	上野　博子	(一財)化学物質評価研究機構
委　員	羽成　修康	(国研)産業技術総合研究所
委　員	角田　欣一	東京大学大学院
委　員	佐野　友春	(国研)国立環境研究所
委　員	三浦　正寛	富士フィルム和光純薬(株)
委　員	藤本　京子	ＪＦＥテクノリサーチ(株)
委　員	板橋　大輔	日本製鉄(株)
委　員	進藤 久美子	(国研)農業・食品産業技術総合研究機構
委　員	小沢　洋	三菱マテリアル(株)
事務局	大澤　隆雄	(公社)日本分析化学会
事務局	柿田　和俊	(公社)日本分析化学会
事務局	小島　勇夫	(公社)日本分析化学会

作業委員会：　マグネシウム標準物質作製委員会

	氏　名	所　属
委員長	上本　道久	明星大学
委　員	菊池　鉄男	中央工産(株)
委　員	佐々木美波	不二ライトメタル(株)
委　員	駒井　浩	（一社）日本マグネシウム協会
委　員	中村　利廣	明治大学　名誉教授
委　員	川田　哲	（国研）物質・材料研究機構
委　員	野呂　純二	(株)日産アーク
委　員	藤本　京子	ＪＦＥテクノリサーチ(株)
委　員	板橋　大輔	日本製鉄(株)
委　員	小沢　洋	三菱マテリアル(株)
事務局	小島　勇夫	(公社)日本分析化学会
事務局	大澤　隆雄	(公社)日本分析化学会
事務局	柿田　和俊	(公社)日本分析化学会

文献

1) ISO/IEC Guide 99:2007，International vocabulary of metrology － Basic and general concepts and associated terms (VIM)
2) JIS H 4203:2018，マグネシウム合金棒及び線
3) ISO 3116:2007，Magnesium and magnesium alloys － Wrought and magnesium alloys (MOD)
4) 日本分析化学会編:開発成果報告書 「マグネシウム認証標準物質　JSAC 0141, JSAC 0142, JSAC 0143, JSAC 0151, JSAC 0152, JSAC 0153, JSAC 0154」2020 年（公社）日本分析化学会
＊現在，準備中です。
5) ISO/TS 15338:2009，Surface chemical analysis － Glow discharge mass spectrometry (GD-MS) － Introduce to use
6) JIS K 0116:2014，発光分光分析通則
7) JIS H 1331:2018，マグネシウム及びマグネシウム合金 ― 分析用試料採取方法及び分析方法通則

公益社団法人　日本分析化学会
〒141-0031 東京都品川区西五反田 1 丁目 26-2 五反田サンハイツ 304 号
TEL：03 (3490) 3352　FAX：03 (3490) 3572

付録：　　認証値の不確かさと所間標準偏差について

－その利用上の注意－

この認証書には認証値の不確かさと所間（室間）標準偏差（*SD*）とが示されている。所間標準偏差は認証値決定のために共同実験に参加した試験所の測定値（異常値を除いた後）の平均値を基準として求めた標準偏差である。

認証値の後に±を付けて記された不確かさは、平均値（認証値）の 95%信頼限界（$U_{95\%}$）の値で、下記の式から求めたものである。

$$U_{95\%} = t \times SD / \sqrt{N} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (1)$$

ここで　　t　：スチューデントの t

SD　：　所間標準偏差

N　：　データを採用した試験所数

不確かさと所間標準偏差の違いを N が 20 の場合を例として下図に示す。図中で曲線 a は、平均値を 0 の位置とし、SD を 1 として、その SD を σ として求めた正規分布である。曲線 b は、N が 20 の場合に $t = 2.093$ であるため、$U_{95\%}$（＝2σ）が 約 0.47 となり、平均値を 0 の位置とし、$U_{95\%}$ の 1/2 を σ として描いた正規分布である。なお、図中の横軸は SD の倍数 k を目盛りとした。

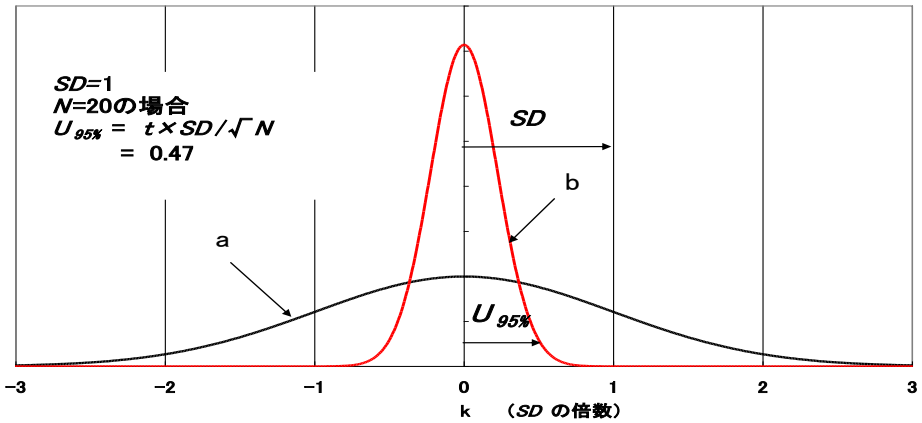


図　SD と $U_{95\%}$ の 1/2 を標準偏差 σ として描いた正規分布

この図における $U_{95\%}$の分布は、共同実験における平均値（認証値）の不確かさの分布であるので、この標準物質のユーザーがそれを分析した場合にその結果がこの不確かさの範囲に入ることを要求するものではない。

一般に、試験所において標準物質を分析したとき、その結果と認証値との差は所間標準偏差の 2 倍（2*SD*）以内にあることが望ましい。これは技能試験において次の(2)式で求める z スコアの絶対値が 2 以下に入ることと同等である。

$$z\text{スコア} = (\text{試験所の得た値} - \text{認証値}) / SD \quad \cdots\cdots\cdots\cdots (2)$$

しかしながら、試験所において長期間にわたり繰り返し分析を行った場合の累積平均値と認証値との差（バイアス）は $U_{95\%}$（不確かさ）以内であることが望ましい。

付属資料 7.

The Japan Society for Analytical Chemistry

公益社団法人 日本分析化学会

認 証 書

Certified Reference Material
JSAC 0153

汎用マグネシウム合金認証標準物質
MgAl9Zn1

本標準物質は, ベリリウム (Be), アルミニウム (Al), シリコン (Si), マンガン (Mn), 銅 (Cu), 亜鉛 (Zn), ガリウム (Ga), ランタン(La), セリウム (Ce) 及び 鉛 (Pb) の 10 成分の含有率を認証した汎用マグネシウム合金認証標準物質である。その認証値を不確かさとともに表 1 に示す。鉄 (Fe) 及び ニッケル (Ni) については，参考値として表 2 に示す。ジルコニウム (Zr) については，参照値として表 3 に示す。

本標準物質は，マグネシウムまたはそれと類似したマトリックスをもつ金属試料に含まれるこれらの無機成分の分析に当たり，分析値を認証値と比較することによって分析結果が妥当であるかどうかを判断するのに有用である。試料形状は直径 50 mm，厚さ 20 mm のディスク状であり，アルミニウム袋に真空封入され，プラスチック製の箱に収納されている。

表 1　認証値　　(成分含有率)

成分	認証値 ± 不確かさ 注1)			所間標準偏差 注2) *(SD)*	表示単位	採用データ数 *(N)*	分析方法 本文中 認証値の決定方法 1．参照
Be	7.6	±	0.9	1.4	μg/g	11	①,②
Al	8.8	±	0.2	0.3	質量分率 %	18	①,②,③
Si	249	±	18	33	μg/g	15	①,②,③
Mn	0.26	±	0.01	0.02	質量分率 %	17	①,②,③
Cu	11	±	1	1	μg/g	18	①,②,③
Zn	0.73	±	0.01	0.03	質量分率 %	18	①,②,③
Ga	11	±	1	1	μg/g	11	①,②
La	12	±	1	1	μg/g	13	①,②,③
Ce	17	±	1	2	μg/g	13	①,②,③
Pb	3.6	±	0.5	0.6	μg/g	8	①,②,③

注 1）不確かさは認証値決定のための共同実験で得られた平均値の 95 % 信頼限界（$U_{95\%}$）であり，$(t \times SD)/\sqrt{N}$ で計算した（t：t 分布表による）。

注 2）標準物質の使用者がその分析値を評価するとき，上記の不確かさのほか，*SD* を考慮するのが妥当である（本認証書付録参照）。

表 2　参考値　　（成分含有率）

成分	参考値	表示単位	採用 ﾃﾞｰﾀ数（*N*）	分析方法 本文中　認証値の決定方法１. 参照
Fe	4.3	μg/g	14	①, ②, ③
Ni	3.6	μg/g	12	①, ②, ③

表 3　参照値　　（成分含有率）

成分	参照値	表示単位
分析方法は，本文中　認証値の決定方法１．記載の①による		
Zr	0.0073	μg/g

使用上の注意

7. 本標準物質をアルミニウム袋から取り出すときは，できるだけ清浄な環境で行う。直接手で触れないようにする。
8. 化学分析用に切片試料を採取する場合には, ディスク面に直角にボーリングする。その際, あらかじめドリル（直径 10 mm 以下）をエタノールなどで清浄にしておいて，切粉が酸化しない程度の力を与えてボーリングを行う。なお，ドリルに替えて他の切削工具類を用いてもよい。
   微粉末切粉は発火性であるので注意する。
9. 切粉試料の大きさは 10 mm 以下とし，微細粉を除いて集めた後，よく混ぜ合わせてデシケーター中で放冷する。

保管上の注意

1. 本標準物質は, 薬品を取り扱う部屋を避け, なるべく清浄な雰囲気の常温の室内で保管する。容器外部からの汚染を防ぐために，容器を箱あるいはプラスチックフィルムバッグに入れておくのが安全である。できればクリーンルームで保管することが望ましい。
2. マグネシウムは他の金属との混ぜ合わせないよう注意する。終了後，アルミニウムに包んで保存する。

計量トレーサビリティ

本標準物質の認証値は，標準液を含む測定の手順について標準物質委員会により十分妥当性が確認された分析方法に従って得られた分析値に基づいており，ISO/IEC Guide 99 [文献 1)] 2.41 項に述べられた「測定方法のトレーサビリティ」を確保している。

標準物質の作製方法

不二ライトメタル（株）にて，JIS H 4203 [文献 2)] / ISO 3116 [文献 3)] に準拠した, Al を 9 % と Zn を 1 % 含むマグネシウム合金を金型鋳造で作製したビレット（直径 177 mm，長さ 400 mm ）を購入し，この段階でトップ及びボトムの中心部及び周辺部からそれぞれ 5 g の試料を採取し，誘導結合プラズマ発光分光分析法で分析し，均質性を確認した。このビレットを押し出し加工により直径 50 mm，長さ 5000 mm の丸棒にした。これから，直径 50 mm，厚さ 20 mm の製品 240 個切り出した。詳細は本標準物質の開発成果報告書[文献 4)] に示す。

均質性の確認

作製した製品のうち，押し出し加工の初端部，中央及び終端部から 3 試料を取り出し，ディスクの中央部と端部 2 か所をドリル(直径 10 mm 以下)でチッピングし，誘導結合プラズマ発光分光分析法で試料を 2 回分析し，均質性を確認した。中央部からは ISO/TS 15338:2009 [文献 5)]に記載の報告形式にしたがい，グロー放電質量分析法による 77 元素の定量を行い，微量元素の有無と差し引きの純度を確認した。さらに，中央部から採取した試料内の成分分布も調査した。詳細は本標準物質の開発成果報告書[文献 4)]に示す。

認証値の決定方法

認証値は, 下記の 17 試験機関の参加による共同実験結果を統計処理して得られたものである。ディスク試料の端周部 5 mm を除いてチッピングし，採取した 10 g を共同実験試料とした。ランダムに選んだ試料（ディスク別）を各試験機関に配付した。誘導結合プラズマ発光分光分析法については JIS K 0116 [文献 6)]に準拠し，サンプリングや試料処理ついては，JIS H 1331 [文献 7)]及びその引用規格に準拠した。参加試験機関において適用された分析方法は以下のとおりである。詳細は本標準物質の開発成果報告書[文献 4)]に示す。

1. 分析方法

   認証値決定に使用された分析方法は下記のとおりで表 1，表 2，表 3 に番号で表示した。

   ①：誘導結合プラズマ四重極型質量分析法 (ICP-QMS)，②：誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-AES)，③：蛍光 X 線分析法 (XRF)

2. 共同実験の実施期間

   共同実験は 2019 年 6 月から 2019 年 12 月の間に行われた。

3. 認証値の決定

   報告された 17 試験機関の分析値から Grubbs 検定によって外れ値を棄却した後の，平均値を認証値とした。Grubbs 検定は 99 % 信頼の水準のもと行った。不確かさは，認証値を決定するための共同実験で得られた平均値の 95 % 信頼限界であり，$(t \times SD)/\sqrt{N}$ で計算して求めた（t: t 分布表による）。認証値を表 1 に，参考値を表 2 に，参照値を表 3 に示した。なお，均質性評価及び共同実験において相対標準偏差が 20 % を超え，50 % 以下について，平均値は参考値とした。採用データ数が 3 から 6， 相対標準偏差が 100 % 以下の元素について， 平均値を参照値とした。ICP-QMS 測定のみでも相対標準偏差が 100 % 以下の元素について，平均値を参照値とした。

認証日　　2020 年 6 月 1 日

認証値決定に協力した試験機関 （五十音順）

・イビデンエンジニアリング株式会社
・地方独立行政法人神奈川県立産業技術総合研究所
・権田金属工業株式会社
・三協立山株式会社 三協マテリアル社
・ＪＦＥテクノリサーチ株式会社
・株式会社島津テクノリサーチ
・中央工産株式会社
・ＴＤＫ株式会社
・株式会社戸畑製作所

・名古屋市工業研究所　材料技術部　環境技術研究室
・名古屋市工業研究所　材料技術部　金属表面技術研究室
・日産アーク株式会社
・一般社団法人日本海事検定協会
・日本金属株式会社
・不二ライトメタル株式会社
・ミツミ電機株式会社
・株式会社リガク

（以上　17 試験機関）

生産及び頒布機関　公益社団法人　日本分析化学会

試料作製機関　不二ライトメタル株式会社

均質性試験機関　国立研究開発法人 物質・材料研究機構

保管機関　環境テクノス株式会社

認証責任者　公益社団法人　日本分析化学会
標準物質委員会
委員長　上本　道久

標準物質委員会

	氏　名	所　属
委員長	上本　道久	明星大学
担当理事	宮野　博	味の素(株)
委　員	平井　昭司	東京都市大学 名誉教授
委　員	中村　利廣	明治大学　名誉教授
委　員	松村　徹	いであ(株)
委　員	上野　博子	(一財)化学物質評価研究機構
委　員	羽成　修康	(国研)産業技術総合研究所
委　員	角田　欣一	東京大学大学院
委　員	佐野　友春	(国研)国立環境研究所
委　員	三浦　正寛	富士フィルム和光純薬(株)
委　員	藤本　京子	ＪＦＥテクノリサーチ(株)
委　員	板橋　大輔	日本製鉄(株)
委　員	進藤 久美子	(国研)農業・食品産業技術総合研究機構
委　員	小沢　洋	三菱マテリアル(株)
事務局	大澤　隆雄	(公社)日本分析化学会
事務局	柿田　和俊	(公社)日本分析化学会
事務局	小島　勇夫	(公社)日本分析化学会

作業委員会：　マグネシウム標準物質作製委員会

	氏　名	所　属
委員長	上本　道久	明星大学
委　員	菊池　鉄男	中央工産(株)
委　員	佐々木美波	不二ライトメタル(株)
委　員	駒井　浩	（一社）日本マグネシウム協会
委　員	中村　利廣	明治大学　名誉教授
委　員	川田　哲	（国研）物質・材料研究機構
委　員	野呂　純二	(株)日産アーク
委　員	藤本　京子	ＪＦＥテクノリサーチ(株)
委　員	板橋　大輔	日本製鉄(株)
委　員	小沢　洋	三菱マテリアル(株)
事務局	小島　勇夫	(公社)日本分析化学会
事務局	大澤　隆雄	(公社)日本分析化学会
事務局	柿田　和俊	(公社)日本分析化学会

文献

1) ISO/IEC Guide 99:2007，International vocabulary of metrology － Basic and general concepts and associated terms (VIM)
2) JIS H 4203:2018，マグネシウム合金棒及び線
3) ISO 3116:2007，Magnesium and magnesium alloys － Wrought and magnesium alloys (MOD)
4) 日本分析化学会編:開発成果報告書 「マグネシウム認証標準物質　JSAC 0141, JSAC 0142, JSAC 0143, JSAC 0151, JSAC 0152, JSAC 0153, JSAC 0154」2020 年（公社）日本分析化学会
＊現在，準備中です。
5) ISO/TS 15338:2009，Surface chemical analysis － Glow discharge mass spectrometry (GD-MS) － Introduce to use
6) JIS K 0116:2014，発光分光分析通則
7) JIS H 1331:2018，マグネシウム及びマグネシウム合金 ― 分析用試料採取方法及び分析方法通則

公益社団法人　日本分析化学会
〒141-0031 東京都品川区西五反田 1 丁目 26-2 五反田サンハイツ 304 号
TEL：03 (3490) 3352　FAX：03 (3490) 3572

付録：　　認証値の不確かさと所間標準偏差について

－その利用上の注意－

この認証書には認証値の不確かさと所間（室間）標準偏差（*SD*）とが示されている。所間標準偏差は認証値決定のために共同実験に参加した試験所の測定値（異常値を除いた後）の平均値を基準として求めた標準偏差である。

認証値の後に±を付けて記された不確かさは、平均値（認証値）の 95%信頼限界（$U_{95\%}$）の値で、下記の式から求めたものである。

$$U_{95\%} = t \times SD / \sqrt{N} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (1)$$

ここで　　t　：スチューデントの t

SD　：　所間標準偏差

N　：　データを採用した試験所数

不確かさと所間標準偏差の違いを N が 20 の場合を例として下図に示す。図中で曲線 a は、平均値を 0 の位置とし、SD を 1 として、その SD を σ として求めた正規分布である。曲線 b は、N が 20 の場合に $t = 2.093$ であるため、$U_{95\%}$（＝2σ）が 約 0.47 となり、平均値を 0 の位置とし、$U_{95\%}$ の 1/2 を σ として描いた正規分布である。なお、図中の横軸は SD の倍数 k を目盛りとした。

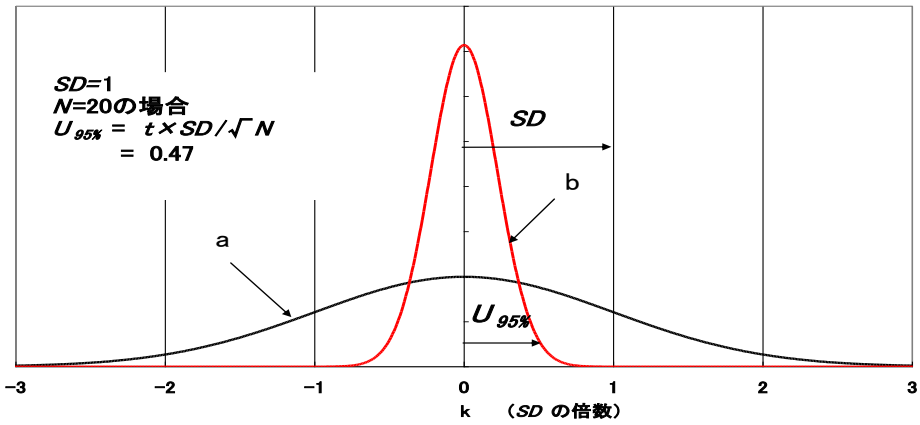


図　SD と $U_{95\%}$ の 1/2 を標準偏差 σ として描いた正規分布

この図における $U_{95\%}$の分布は、共同実験における平均値（認証値）の不確かさの分布であるので、この標準物質のユーザーがそれを分析した場合にその結果がこの不確かさの範囲に入ることを要求するものではない。

一般に、試験所において標準物質を分析したとき、その結果と認証値との差は所間標準偏差の 2 倍（2*SD*）以内にあることが望ましい。これは技能試験において次の(2)式で求める z スコアの絶対値が 2 以下に入ることと同等である。

$$z\text{スコア} = (\text{試験所の得た値} - \text{認証値}) / SD \quad \cdots\cdots\cdots\cdots (2)$$

しかしながら、試験所において長期間にわたり繰り返し分析を行った場合の累積平均値と認証値との差（バイアス）は $U_{95\%}$（不確かさ）以内であることが望ましい。

付属資料 8.

The Japan Society for Analytical Chemistry

公益社団法人 日本分析化学会

認 証 書

Certified Reference Material
JSAC 0154

汎用マグネシウム合金認証標準物質
MgAl6Mn

本標準物質は，アルミニウム (Al)，シリコン (Si)，マンガン (Mn)，鉄 (Fe)，銅 (Cu)，亜鉛 (Zn)，ガリウム (Ga) 及び 鉛 (Pb) の 8 成分の含有率を認証した汎用マグネシウム合金認証標準物質である。その認証値を不確かさとともに表 1 に示す。ニッケル (Ni) については，参考値として表 2 に示す。ランタン (La)，セリウム (Ce)，セレン (Se) 及び ジルコニウム (Zr) については，参照値として表 3 に示す。

本標準物質は，マグネシウムまたはそれと類似したマトリックスをもつ金属試料に含まれるこれらの無機成分の分析に当たり，分析値を認証値と比較することによって分析結果が妥当であるかどうかを判断するのに有用である。試料形状は直径 50 mm，厚さ 20 mm のディスク状であり，アルミニウム袋に真空封入され，プラスチック製の箱に収納されている。

表 1　認証値　　(成分含有率)

成分	認証値 ± 不確かさ 注1)			所間標準偏差 注2) (*SD*)	表示単位	採用データ数 (*N*)	分析方法 本文中 認証値の決定方法 1．参照
Al	6.0	±	0.1	0.1	質量分率 %	17	①,②,③
Si	267	±	10	19	μg/g	15	①,②,③
Mn	0.30	±	0.01	0.01	質量分率 %	17	①,②,③
Fe	12	±	1	2	μg/g	17	①,②,③
Cu	7.1	±	0.4	0.7	μg/g	15	①,②,③
Zn	0.0141	±	0.0005	0.0009	質量分率 %	16	①,②,③
Ga	12	±	1	1	μg/g	10	①,②
Pb	13	±	1	2	μg/g	11	①,②,③

注 1) 不確かさは認証値決定のための共同実験で得られた平均値の 95 % 信頼限界（$U_{95\%}$）であり，

$(t \times SD)/\sqrt{N}$ で計算した（t：t 分布表による）。

注 2) 標準物質の使用者がその分析値を評価するとき，上記の不確かさのほか，*SD* を考慮するのが妥当である（本認証書付録参照）。

表 2　参考値　　(成分含有率)

成分	参考値	表示単位	採用データ数 (*N*)	分析方法 本文中　認証値の決定方法 1．参照

Ni	4.3	μg/g	14	①, ②, ③

表 3　参照値　　（成分含有率）

成分	参照値	表示単位
分析方法は，本文中　認証値の決定方法１．記載の①，②による		
La	0.19	μg/g
Ce	0.38	μg/g
分析方法は，本文中　認証値の決定方法１．記載の①よる		
Se	0.17	μg/g
Zr	0.0080	μg/g

使用上の注意

10. 本標準物質をアルミニウム袋から取り出すときは，できるだけ清浄な環境で行う。直接手で触れないようにする。
11. 化学分析用に切片試料を採取する場合には，ディスク面に直角にボーリングする。その際，あらかじめドリル（直径 10 mm 以下）をエタノールなどで清浄にしておいて，切粉が酸化しない程度の力を与えてボーリングを行う。なお，ドリルに替えて他の切削工具類を用いてもよい。
    微粉末切粉は発火性であるので注意する。
12. 切粉試料の大きさは 10 mm 以下とし，微細粉を除いて集めた後，よく混ぜ合わせてデシケーター中で放冷する。

保管上の注意

1. 本標準物質は，薬品を取り扱う部屋を避け，なるべく清浄な雰囲気の常温の室内で保管する。容器外部からの汚染を防ぐために，容器を箱あるいはプラスチックフィルムバッグに入れておくのが安全である。できればクリーンルームで保管することが望ましい。
2. マグネシウムは他の金属との混ぜ合わせないよう注意する。終了後，アルミニウムに包んで保存する。

計量トレーサビリティ

本標準物質の認証値は，標準液を含む測定の手順について標準物質委員会により十分妥当性が確認された分析方法に従って得られた分析値に基づいており，ISO/IEC Guide 99 [文献 1)] 2.41 項に述べられた「測定方法のトレーサビリティ」を確保している。

標準物質の作製方法

不二ライトメタル（株）にて，JIS H 4203 [文献 2)] / ISO 3116 [文献 3)] に準拠した，Al を 6 % と Zn，Mn を 微量含むマグネシウム合金を連続鋳造で作製したビレット（直径 177 mm，長さ 400　mm ）を購入し，この段階でトップ及びボトムの中心部及び周辺部からそれぞれ 5 g の試料を採取し，誘導結合プラズマ発光分光分析法で分析し，均質性を確認した。このビレットを押し出し加工により直径 50 mm，長さ 5000 mm の丸棒にした。これから，直径 50 mm，厚さ 20 mm の製品 240 個切り出した。詳細は本標準物質の開発成果報告書[文献 4)] に示す。

均質性の確認

作製した製品のうち，押し出し加工の初端部，中央及び終端部から 3 試料を取り出し，ディスクの中央部と端部 2 か所をドリル(直径 10 mm 以下)でチッピングし，誘導結合プラズマ発光分光分析法で試料を 2 回分析し，均質性を確認した。中央部からは ISO/TS 15338:2009 [文献 5)]に記載の報告形式にしたがい，グロー放電質量分析法による 77 元素の定量を行い，微量元素の有無と差し引きの純度を確認した。さらに，中央部から採取した試料内の成分分布も調査した。詳細は本標準物質の開発成果報告書[文献 4)]に示す。

認証値の決定方法

認証値は, 下記の 17 試験機関の参加による共同実験結果を統計処理して得られたものである。ディスク試料の端周部 5 mm を除いてチッピングし，採取した 10 g を共同実験試料とした。ランダムに選んだ試料（ディスク別）を各試験機関に配付した。誘導結合プラズマ発光分光分析法については JIS K 0116 [文献 6)]に準拠し，サンプリングや試料処理ついては，JIS H 1331 [文献 7)]及びその引用規格に準拠した。参加試験機関において適用された分析方法は以下のとおりである。詳細は本標準物質の開発成果報告書[文献 4)]に示す。

1. 分析方法

   認証値決定に使用された分析方法は下記のとおりで表 1，表 2，表 3 に番号で表示した。

   ①：誘導結合プラズマ四重極型質量分析法 (ICP-QMS)，②：誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-AES)，③：蛍光 X 線分析法 (XRF)

2. 共同実験の実施期間

   共同実験は 2019 年 6 月から 2019 年 12 月の間に行われた。

3. 認証値の決定

   報告された 17 試験機関の分析値から Grubbs 検定によって外れ値を棄却した後の，平均値を認証値とした。Grubbs 検定は 99 % 信頼の水準のもと行った。不確かさは，認証値を決定するための共同実験で得られた平均値の 95 % 信頼限界であり，$(t \times SD)/\sqrt{N}$ で計算して求めた（t: t 分布表による）。認証値を表 1 に，参考値を表 2 に，参照値を表 3 に示した。なお，均質性評価及び共同実験において相対標準偏差が 20 % を超え，50 % 以下について，平均値は参考値とした。採用データ数が 3 から 6， 相対標準偏差が 100 % 以下の元素について， 平均値を参照値とした。ICP-QMS 測定のみでも相対標準偏差が 100 % 以下の元素について，平均値を参照値とした。

認証日　　2020 年 6 月 1 日

認証値決定に協力した試験機関 （五十音順）

・イビデンエンジニアリング株式会社
・地方独立行政法人神奈川県立産業技術総合研究所
・権田金属工業株式会社
・三協立山株式会社 三協マテリアル社
・ＪＦＥテクノリサーチ株式会社
・株式会社島津テクノリサーチ
・中央工産株式会社
・ＴＤＫ株式会社
・株式会社戸畑製作所

・名古屋市工業研究所　材料技術部　環境技術研究室
・名古屋市工業研究所　材料技術部　金属表面技術研究室
・日産アーク株式会社
・一般社団法人日本海事検定協会
・日本金属株式会社
・不二ライトメタル株式会社
・ミツミ電機株式会社
・株式会社リガク

（以上　17 試験機関）

生産及び頒布機関　公益社団法人　日本分析化学会

試料作製機関　不二ライトメタル株式会社

均質性試験機関　国立研究開発法人 物質・材料研究機構

保管機関　環境テクノス株式会社

認証責任者　公益社団法人　日本分析化学会
標準物質委員会
委員長　上本　道久

標準物質委員会

	氏　名	所　属
委員長	上本　道久	明星大学
担当理事	宮野　博	味の素(株)
委　員	平井　昭司	東京都市大学 名誉教授
委　員	中村　利廣	明治大学　名誉教授
委　員	松村　徹	いであ(株)
委　員	上野　博子	(一財)化学物質評価研究機構
委　員	羽成　修康	(国研)産業技術総合研究所
委　員	角田　欣一	東京大学大学院
委　員	佐野　友春	(国研)国立環境研究所
委　員	三浦　正寛	富士フィルム和光純薬(株)
委　員	藤本　京子	ＪＦＥテクノリサーチ(株)
委　員	板橋　大輔	日本製鉄(株)
委　員	進藤 久美子	(国研)農業・食品産業技術総合研究機構
委　員	小沢　洋	三菱マテリアル(株)
事務局	大澤　隆雄	(公社)日本分析化学会
事務局	柿田　和俊	(公社)日本分析化学会
事務局	小島　勇夫	(公社)日本分析化学会

作業委員会：　マグネシウム標準物質作製委員会

	氏　名	所　属
委員長	上本　道久	明星大学
委　員	菊池　鉄男	中央工産(株)
委　員	佐々木美波	不二ライトメタル(株)
委　員	駒井　浩	（一社）日本マグネシウム協会
委　員	中村　利廣	明治大学　名誉教授
委　員	川田　哲	（国研）物質・材料研究機構
委　員	野呂　純二	(株)日産アーク
委　員	藤本　京子	ＪＦＥテクノリサーチ(株)
委　員	板橋　大輔	日本製鉄(株)
委　員	小沢　洋	三菱マテリアル(株)
事務局	小島　勇夫	(公社)日本分析化学会
事務局	大澤　隆雄	(公社)日本分析化学会
事務局	柿田　和俊	(公社)日本分析化学会

文献

1) ISO/IEC Guide 99:2007，International vocabulary of metrology － Basic and general concepts and associated terms (VIM)
2) JIS H 4203:2018，マグネシウム合金棒及び線
3) ISO 3116:2007，Magnesium and magnesium alloys － Wrought and magnesium alloys (MOD)
4) 日本分析化学会編：開発成果報告書　「マグネシウム認証標準物質　JSAC 0141, JSAC 0142, JSAC 0143, JSAC 0151, JSAC 0152, JSAC 0153, JSAC 0154」2020 年（公社）日本分析化学会

＊現在，準備中です。

5) ISO/TS 15338:2009，Surface chemical analysis － Glow discharge mass spectrometry (GD-MS) － Introduce to use
6) JIS K 0116:2014，発光分光分析通則
7) JIS H 1331:2018，マグネシウム及びマグネシウム合金 ― 分析用試料採取方法及び分析方法通則

公益社団法人　日本分析化学会

〒141-0031 東京都品川区西五反田 1 丁目 26-2 五反田サンハイツ 304 号

TEL：03 (3490) 3352　　FAX：03 (3490) 3572

付録：　　認証値の不確かさと所間標準偏差について

－その利用上の注意－

この認証書には認証値の不確かさと所間（室間）標準偏差（*SD*）とが示されている。所間標準偏差は認証値決定のために共同実験に参加した試験所の測定値（異常値を除いた後）の平均値を基準として求めた標準偏差である。

認証値の後に±を付けて記された不確かさは、平均値（認証値）の 95%信頼限界（$U_{95\%}$）の値で、下記の式から求めたものである。

$$U_{95\%} = t \times SD / \sqrt{N} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (1)$$

ここで　　t　：スチューデントの t

SD　：　所間標準偏差

N　：　データを採用した試験所数

不確かさと所間標準偏差の違いを N が 20 の場合を例として下図に示す。図中で曲線 a は、平均値を 0 の位置とし、SD を 1 として、その SD を σ として求めた正規分布である。曲線 b は、N が 20 の場合に $t = 2.093$ であるため、$U_{95\%}$（＝2σ）が 約 0.47 となり、平均値を 0 の位置とし、$U_{95\%}$ の 1/2 を σ として描いた正規分布である。なお、図中の横軸は SD の倍数 k を目盛りとした。

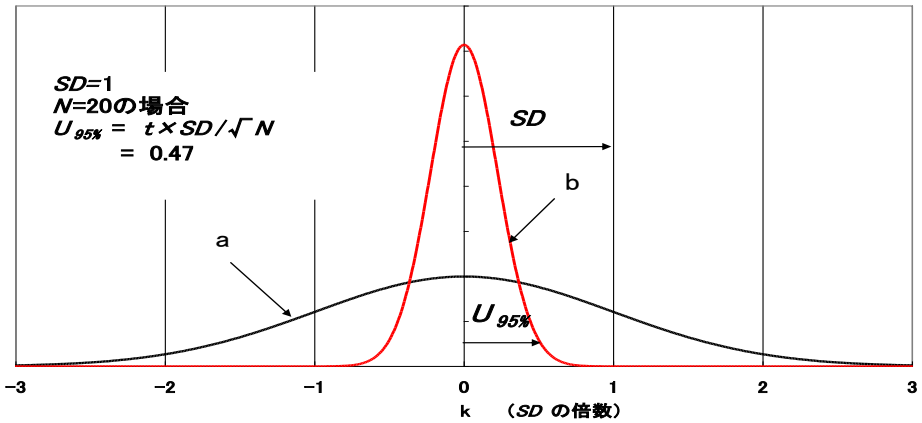


図　SD と $U_{95\%}$ の 1/2 を標準偏差 σ として描いた正規分布

この図における $U_{95\%}$の分布は、共同実験における平均値（認証値）の不確かさの分布であるので、この標準物質のユーザーがそれを分析した場合にその結果がこの不確かさの範囲に入ることを要求するものではない。

一般に、試験所において標準物質を分析したとき、その結果と認証値との差は所間標準偏差の 2 倍（2*SD*）以内にあることが望ましい。これは技能試験において次の(2)式で求める z スコアの絶対値が 2 以下に入ることと同等である。

$$z\text{スコア} = (\text{試験所の得た値} - \text{認証値}) / SD \quad \cdots\cdots\cdots\cdots (2)$$

しかしながら、試験所において長期間にわたり繰り返し分析を行った場合の累積平均値と認証値との差（バイアス）は $U_{95\%}$（不確かさ）以内であることが望ましい。