

分析分科会平成23年度第2回運営委員会 議事メモ(案)

2011年10月25日(火) 開場 13時～ 13時30分～16時25分

東京八重洲ホール 4F

出席者(順不同・敬称略):

委員長 衣笠(産総研)

委員 永岡(熊本県)、坂尾(神奈川)、鈴木貴明(愛媛県)[門家氏代理]、三神(山梨県)、村岡(岡山県)、大橋(名古屋市)、工藤(秋田県)

オブザーバー 鈴木昌資(埼玉県)

産総研側委員・事務局 福本、一石、松本

開会に先立ち、福島県・杉内氏、愛媛県・鈴木氏、埼玉県・鈴木氏による自己紹介があった。

(1) プログラム

本日の議事次第について衣笠委員長より説明があった。

・今年の実験は3種類実施。X線回折については年会で直接議論予定。

(2) 共同研究資料(山梨県)

三神委員により無機分析手順書、分析結果等について説明が行われた。

・参加者の分析方法がバラバラな傾向

・融解に使用された薬品の種類によって分類が必要(アルカリ、など)→グループ分けは、「アルカリ」は使わないで、単に「融解」とする。

・使用された装置の多くはICP。

・どの分析法でも全体的には比較的良い分析値が得られている。

・(悩むケースでも)平均値を採用。

・鉍物系(Fe成分が多い)の試料ゆえに、酸溶解した後でケイ酸塩が残る。フッ酸の併用または後でアルカリ溶解

・蛍光X線法はFP法、検量線法の二通り。FP法が多いが、Mg以外は比較的良い分析値。蛍光X線法でもそれなりに良い分析値が得られている。

・「不検出」「検出せず」は「報告している。参加している」「参加証を出す」という扱いとする。データの計算には入れない。

大橋委員より参加者からの質問事項に関する相談があった。

・強熱減量について(11-1)

参考情報としてJISの情報を提供しているので、それを見れば1050℃でやろうと思うはず。

・リモナイトの有機物について(25-1)

有機物を含む。

・リモナイトの鉄について(25-02)

水酸化物も含まれると考える。通常は酸化物換算での報告であるが、今回は元素量報告。

<無機分析 z スコアについて>

福本委員から説明があった。

・Mnについては認定対象外にした方が良くはないか(報告値の分布が非対称であるため、zスコアを決めるのが困難)→外すのであれば、外す場合の基準を決めて、今後もその基準で統一する必要がある。今日中にはその基準を決定できない。→とりあえず「(検定後RSDが)10%」を基準にして、過去はどうであったか確認する。Mnは外す方向で話を進める。→「10%を超えたら外すかどうか検討する」でどうか。認定証の発行は信用を無くさないように慎重に検討。

・FeとMnの化学的性質が近いと、化学的分離が難しい？(マスキングを使った人はいない。滴定法・・・など) Mnの濃度は低くないし、分析しにくい成分でもないはず。→ 年会当日議論する。

・Mn分析で使用された波長の統計をとるとどうなるか。

【追記】 運営委員会後のメールなどでの議論

・衣笠委員長コメント「無機分析については認定書を出しているという立場から、認定の仕方については慎重にすべきであり、拙速の回避、参加者間の公平性の担保、運営委員会の責任、認定レベルの確保というスタンスから今回は従来どおりのやり方でやるべき。つまり、修正前の値を正式なものとして報告すること、修正前の値で認定すること」

・福本委員案 2. 「修正後の付与値とばらつきを用いて、【修正前】のデータを評価して認定を行う。」

・三神委員「結果を見直すと、酸化物換算が疑われる方が何名かいる模様。例:機関番号 06-3、24-1 など」(10/28)現在連絡がとれたところでは、3 件程度が修正対象」

・衣笠委員長コメント「そもそも修正に対する明確なルールがないので、次回以降の運営委員会でよく議論し修正に対するルール作りや認定のあり方について議論を行っていく。「技能を測るという立場から、要求されているのが元素の含有量なのか酸化物としての含有量なのかを明示しなければならないのかについても議論する」

(3) 23年度共同研究について

材料評価(プラスチック試料・蛍光X線分析)について、福本委員から説明がなされた。

・NMIJ CRM を用いて装置が校正されている分析値は良くあっている。

・薄膜近似をしていない分析値は大きく外れている。単位面積当たりの元素数が得られていると考え、その後、試料の厚さ等を実測して補正する必要がある。

埼玉県鈴木氏から以下の説明がなされた。

・EDXとWDXが同数

・今回の分析の問題点。

1) Cdの測定。

Rh の $K\alpha$ 線が近くに出てくるので、フィルターをかけてバックグランドを下げる。

2) マトリックスが PP(厚みがない)

薄膜補正の他、PPによるバランス補正を行う。

3) どの分析線を使うか。

臭素についてはK β 線を使うのが良い。

・Crは正規分布に近い分布。その他(Cd, Hg等)は補正が必要。

・(坂尾)堀場の装置 プラスティック中のクロムは良いが、金属中のクロムはあまりよくない。

・(坂尾)薄膜を数枚重ねて分析するとどうか？

→何枚重ねたらバルクとみなせるか計算できるかどうか？XGTで薄膜を縦にして測定するとどうか？
(ただし、照射面積は小さくなる。照射時間よりも面積の方が大事。) 重い元素を測っているので、相当枚数重ねないとだめなのではないか(数cm)。

・昨年度の試料は測定する黒色に変色。今年の試料は変色しない(X線が透過)。

・資料「H23分析分科会(XRF)」の1～3ページ目は年会資料として公表しない。

・Zrフィルター 何分の1に減衰するかわからないので、スタンダードが必要。

(4) 年会プログラム

衣笠委員長により説明が行われた。

・二つの共同研究検討会を別々の会場で行う。

・他は例年と同じ要領で実施。

(5) タイムスケジュール

・衣笠委員長から各委員に司会の分担の依頼があり、了承された。

・司会・座長等は、過去に永井氏の方針により、出来るだけ運営委員全体で分担することになった。

・交流会の挨拶者等は熊本県計測分科会担当の方がアレンジ中。

(6) 平成24年度分析分科会分析技術共同研究資料(福島県)

・杉内委員から別紙「平成24年度分析分科会分析技術共同研究(初案)」について説明がなされた。

・本日話をつめて、(試料調製を依頼する)環境テクノスに話をしたい。

・試料はアルミの押し出し材 A2017(昭和電工製、会津)。昭和電工ホームページに掲載されている情報についても紹介された。

・鉄ドリルのコンタミが考えられる。FeとSiは最低限分析必要。通常の蛍光X線で測定可能なサンプルサイズ。

・分析時はドリルまたはファインカッターで切断。切断後は表面が粗いので、その後、研磨・面だし。

・Feコンタミについては運営委員会用の記述。

・分析対象成分は、SiとFeの他、Cu、Znとする。試料は200個作成。

・環境テクノス担当者が年会に出席するので、均質性試験の件も含めて、試料が提供される状態について相談。費用がどの作業で発生するかも確認。

・その他、来年度の年会・知的基盤部会は2013年11月28日～11月30日。見学先は試薬メーカー。バスで30分程度。

(7)その他

- ・年会の弁当代が1200円から1000円に変更。
- ・次回運営委員会:11月30日午後5時～ KKR熊本（立田・花岡の間）

以上