

国立研究開発法人 産業技術総合研究所
計量標準総合センター 標準物質認証書



認証標準物質

NMIJ CRM 1011-b ~1015-b
No. +++

EPMA 用炭素鋼

Carbon Steel for EPMA

本標準物質は、JIS Q 0034 (ISO GUIDE 34) に適合する品質システムに基づき生産された組成の均質性に優れた炭素鋼で、電子プローブマイクロアナライザー (EPMA: Electron Probe Micro Analyzer) による炭素鋼中の炭素含有量の校正のために用いることができる。

【認証値】

本標準物質の炭素含有量の認証値は以下の通りである。認証値の不確かさは、合成標準不確かさと包含係数 $k=2$ から決定された拡張不確かさであり、約 95% の信頼の水準をもつと推定される区間を示す。

認証標準物質の記号	認証値 質量分率	拡張不確かさ 質量分率
NMIJ CRM 1011-b	0.088 %	0.010 %
NMIJ CRM 1012-b	0.187 %	0.012 %
NMIJ CRM 1013-b	0.280 %	0.018 %
NMIJ CRM 1014-b	0.455 %	0.024 %
NMIJ CRM 1015-b	0.673 %	0.010 %

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値及びその不確かさは、産業技術総合研究所において重量分析法による炭素分析及び電子プローブマイクロアナライザー (波長分散型) 測定によって求めたものである。認証値は重量分析法による炭素分析から求め、不確かさは、重量分析法による不確かさに EPMA 線分析による均質性の不確かさを加えたものである。なお、EPMA 測定は、加速電圧 15 kV、ビーム径 1.6 μm 、試料移動速度 2.5 $\mu\text{m/s}$ で線分析を行った。

【計量計測トレーサビリティ】

本標準物質の認証値は、JCSS 認証分銅を用いて校正された天秤を使用し、一次標準測定法である重量分析法によって値付けされたものであり、国際単位系 (SI) にトレーサブルである。

【有効期限】

本標準物質の有効期限は、下記の保存条件のもとで 2017 年 3 月 31 日である。

【形状等】

本標準物質は、約 3 mm×10 mm×15 mm の直方体の金属片でプラスチック容器に梱包されている。

【均質性】

小分けした 130 個の試料からランダムに 8 個取り出し炭素分析に、また 6 個取り出し EPMA 測定により分析を行った後、測定値について分散分析から均質性に起因する不確かさを求めた。求めた不確かさは認証値の不確かさに含まれており、本標準物質は認証値の不確かさの範囲内で均質である。

【保存に関する注意事項】

本標準物質は、デシケーターなどを用い、水分と塩分を含まない清浄な大気中において室温で保存する。

【使用に関する注意事項】

EPMA 測定に使用する際は、測定面を鏡面研磨して使用する。均質性の観点からは、本標準物質の認証値は、試料全体を代表する値である。EPMA 測定に使用する際は、複数の位置について点または線分析を行い、その平均値を使用すること。

【取り扱いにおける注意事項】

安全データシート（SDS）に従って取り扱うこと。

【製造方法等】

本標準物質は、住友金属テクノロジー株式会社において製造された。本標準物質は、高純度電解鉄と高純度グラファイトカーボン原料とし、それに焼き入れ性向上のための微量のマンガン、モリブデン、ホウ素を添加し、真空高周波誘導溶解、熱間鍛造、熱間圧延、熱処理をした後、これを切断して約 3 mm×10 mm×15 mm の直方体とした。

【生産担当者】

本標準物質の生産に関する技術管理者は藤本俊幸、生産責任者は張ルウルウ、値付け担当者は Zou Zhimin、張ルウルウである。

【情報の入手】

本標準物質に関して認証値の変更等、重要な改訂があった場合、下記ホームページから「標準物質ユーザー登録」を行った購入者に通知する。なお、本標準物質に関する技術情報は、下記連絡先より入手できる。

【認証書の複製について】

本認証書を複製する場合は、複製であることが明瞭にわかるようにしなければならない。

2015 年 4 月 1 日

国立研究開発法人 産業技術総合研究所
理事長 中鉢 良治

本標準物質に関する質問等は以下にご連絡ください。

国立研究開発法人 産業技術総合研究所 計量標準総合センター
計量標準普及センター 標準物質認証管理室
〒305-8563 茨城県つくば市梅園 1-1-1

電話：029-861-4059、ファックス：029-861-4009、ホームページ：<https://www.nmij.jp/service/C/>

改訂履歴

- | | |
|------------|----------------------------|
| 2015.04.01 | 組織名称等の変更に伴い、関連する記載内容を変更した。 |
| 2017.05.11 | 【情報の入手】の記載を更新した。 |
| | 【取り扱いにおける注意事項】を追記した。 |

説明書

1. 適用範囲

本標準物質 NMIJ CRM 1011-b, NMIJ CRM 1012-b, NMIJ CRM 1013-b, NMIJ CRM 1014-b, NMIJ CRM 1015-b は、電子プローブマイクロアナライザーによる鉄中の炭素含有量の校正のために用いることができる。

2. 認証値の決定方法

本標準物質の認証値は、産業技術総合研究所において重量分析法及び電子プローブマイクロアナライザー（波長分散型）測定によって求めた。EPMA 測定条件は以下の通りである。

加速電圧 20 kV, 照射電流値 50 nA, ビーム径 1.6 μm

線分析（1 試料あたり 20 点を分析, 試料移動速度 2.5 $\mu\text{m/s}$, データ取得時間 2 sec）

測定中の真空度（試料室） 3×10^{-6} Torr 以下

特性値は重量分析法から求め、不確かさは、重量分析法による不確かさに EPMA 線分析による試料間変動を含めた均質性の不確かさを加えたものである。拡張不確かさは、包含係数 $k=2$ とし、95%の信頼水準を持つと推定される区間を定めた。

3. 使用方法

EPMA 測定に使用する際は、測定面を鏡面研磨して使用する。

均質性の観点からは、本標準物質の認証値は、試料全体を代表する値である。EPMA 測定に使用する際は、複数の位置について点または線分析を行い、その平均値を使用すること。

分析点は 10 点以上であることが望ましい。データとして、各測定における特性 X 線のカウンタ数及び照射電流値を記録する。バックグラウンドは高純度鉄上で C K α のピーク位置において同様な方法で計測する。

・測定における注意点

精度の高い測定値を得るために、装置では特に電子ビームや X 線検出系等が安定であること、試料では分析対象となる領域が分析中に変化しないことが必要である。照射電流の安定性の確認は、電流をファラデーカップを用いて測定し、分析は照射電流の変化が適切な変動以下になっていることを確認してから開始する。さらに、可能であれば各測定毎に照射電流を測定し、電流補正を行うことが望ましい。

EPMA 装置内で分析前に表面を光学顕微鏡で観察し、不純物と思われる領域あるいは表面に凹凸のある領域（例えば研磨きずのようなもの）は分析点として選ばずに、近傍で適切などころを選択する必要がある。

・データ処理

得られた結果について、不感時間補正を行う。

可能であれば、照射電流値による補正を行う。

4. 使用前の注意

EPMA 測定に使用する際は、測定面を鏡面研磨し、表面に傷、変色などの異常がないか確認する。異常があった場合は、研磨を行う。

5. 保存方法及び使用前の注意

本標準物質は約 3 mm \times 10 mm \times 15 mm の直方体の金属片でプラスチック容器に梱包されている。製品を受け取った後は速やかにデシケータなどの水分や塩分を含まない清浄な乾燥雰囲気中に移して室温で保存する必要がある。

[連絡先]

本標準物質に関する質問等は以下にご連絡ください。

国立研究開発法人 産業技術総合研究所 計量標準総合センター
計量標準普及センター 標準物質認証管理室

〒305-8563 茨城県つくば市梅園 1-1-1 中央第 3

電話：029-861-4059, ファックス：029-861-4009