

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 8002-a
No. +++



ファインセラミックス用炭化けい素微粉末 (β形)
Fine Silicon Carbide Powder for Fine Ceramics (β-phase)

本標準物質は、ISO 17034 及び ISO/IEC 17025 の要求事項に適合するマネジメントシステムに基づき生産されたファインセラミックス用炭化けい素微粉末 (β形) で、主成分および微量成分元素を定量する場合の分析の精度管理や分析方法・分析装置の妥当性確認に用いることができる。

【認証値】

本標準物質中の 10 元素の質量分率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の半分の幅を表す。

| 元素 | 認証値 質量分率 (%) | 主 成 分 | |
|------|-----------------|------------------|------------------|
| | | 不確かさ 質量分率 (%) | 分析方法 |
| 全けい素 | 68.01 | 0.46 | 凝集重量 ICP 発光分析併用法 |
| 全炭素 | 29.93 | 0.24 | 乾式燃焼重量法 |

微 量 金 属 成 分

| 元素 | 認証値 質量分率 (mg/kg) | 不確かさ 質量分率 (mg/kg) | 分析方法 (*下記参照) |
|----|---------------------|----------------------|-----------------|
| Al | 189 | 19 | 2), 3), 4) |
| Cr | 61.9 | 9.4 | 1), 2), 3), 4) |
| Cu | 11.5 | 2.6 | 1), 2), 3), 4) |
| Fe | 130 | 7.4 | 1), 2), 3), 4) |
| Mn | 1.60 | 0.34 | 2), 3), 4) |
| Mo | 109 | 14 | 1), 2), 3), 4) |
| Ti | 47.7 | 3.0 | 1), 2), 3), 4) |
| Y | 0.58 | 0.070 | 2), 3), 4) |

*分析方法

- 1) 加圧酸分解/同位体希釈質量分析法, 2) 加圧酸分解/ICP 質量分析法,
- 3) 加圧酸分解/ICP 発光分析法, 4) アルカリ融解/ICP 発光分析法

【認証値の決定方法】

認証値は (独) 産業技術総合研究所およびセラミックス研究部門での複数の測定結果を重み付け平均して決定した。認証値の不確かさは、各測定法の標準不確かさ、試料の均質性による標準不確かさを合成して得られたものである。

【計量計測トレーサビリティ】

分析方法あるいは分析方法の組み合わせとしては次の通りであり、国際単位系(SI)にトレーサブルである。

- (1) 一次標準測定法によるもの (主成分)。

- (2) 一次標準測定法と精確さが確認された他の方法の組み合わせ。
 (3) 精確さが確認された3つ以上の方法によるもの。

【参考値】

本標準物質中の幾つかの成分の質量分率を参考値として示す。記号±に続く数値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の半分の幅を表す。

微量金属成分

| 元素 | 参考値 質量分率 (mg/kg) | 分析方法 (*下記参照) |
|----|---------------------|-----------------|
| La | 0.37 ± 0.098 | 2), 3) |
| Ni | 4.43 ± 0.80 | 1), 2) |

*分析方法

- 1) 加圧酸分解/同位体希釈質量分析法, 2) 加圧酸分解/ICP質量分析法,
 3) 加圧酸分解/ICP発光分析法

微量非金属成分

| 元素 | 参考値 質量分率 (%) | 分析方法 |
|--------------|-----------------|-----------|
| 遊離炭素総量 | 1.51 ± 0.16 | 燃焼-赤外線吸収法 |
| 550 °C燃焼遊離炭素 | 0.37 ± 0.04 | 燃焼-赤外線吸収法 |
| 850 °C燃焼遊離炭素 | 0.94 ± 0.24 | 燃焼-赤外線吸収法 |

| 元素 | 参考値 質量分率 (mg/kg) | 分析方法 |
|----|---------------------|---------------------|
| F | 750 ± 54 | 熱加水分解/イオンクロマトグラフ分析法 |
| Cl | 18 ± 12 | 熱加水分解/イオンクロマトグラフ分析法 |
| S | 370 ± 54 | 熱加水分解/イオンクロマトグラフ分析法 |

【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、2024年3月31日である。

【形状等】

本標準物質は、微粉末状で、約50gずつガラス瓶に入れられている。

【均質性】

作製した約600瓶から全体を代表するように選んだ6瓶に対して、加圧酸分解/ICP発光分析法を用いて定量を行う際に同時に均質性の評価を行い、微量金属成分に関して認証値および参考値の不確かさに反映させた。また、12瓶に対して、加圧酸分解/ICP発光分析法を用いて定量とは独立に均質性を評価したが、前記の均質性の評価と整合する結果であった。主成分や非金属成分の均質性については、定量時の繰り返し精度により判定し認証値および参考値の不確かさに反映させた。よって、均質性は認証値および参考値の不確かさの範囲内である。

【保存に関する注意事項】

試料の保存は15 °Cから35 °Cの間で行い、日光の直射や高温多湿はさけること。一度開封した場合は密栓した状態で保存すること。

【使用に関する注意事項】

- (1) 試料の採取：試料の採取は、緩やかに倒立等を数回繰り返して試料を混合した後に行うこと。ただし、器壁を削るおそれがあるため、強く振とうし過ぎないこと。均質性の観点から一回の分析に用いる試料量は、全けい素では 300 mg 以上、全炭素では 100 mg 以上、酸素では 10 mg 以上、ハロゲン・硫黄では 80 mg 以上、その他は 500 mg 以上を推奨する。
- (2) 試料の乾燥方法：認証値、参考値はすべて乾燥質量あたりで示している。乾燥方法は以下の方法を指定する。
 - ① 試料を採取し、135℃のオープンで2時間加熱する。
 - ② 過塩素酸マグネシウムデシケーター中で放冷した後、できるだけ速やかに秤量する。

【取り扱いにおける注意事項】

安全データシート（SDS）を参考にして取り扱うこと。

【製造等】

市販のファインセラミックス用炭化けい素原料微粉末から代表的と考えられるものを選択し、同一ロットの製品を購入して約 50 g ずつガラス瓶に瓶詰めした。

【参考情報】

本標準物質には、不純物として酸素が 0.95%（質量分率）が含まれている。

【生産担当者】

本標準物質の生産に関わった技術管理者は上叢 義則、日置 昭治、生産責任者は上叢 義則、値付担当者は上叢 義則、日置 昭治、柘植 明、森川 久、野々瀬 菜穂子である。

【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】

本証明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。

2020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 石村 和彦

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://unit.aist.go.jp/qualmanmet/refinate/>

改訂履歴

- | | |
|------------|---|
| 2013.12.20 | 有効期限を 2014.3.31 から 2024.3.31 に延長した。 酸素(O)の参考値を参考情報に変更した。 |
| 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。 |
| 2017.04.06 | 【取り扱いにおける注意事項】を追加した。 |