

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 8004-a
No. +++

ファインセラミックス用窒化けい素微粉末(直接窒化合成) II
Fine Silicon Nitride Powder for Fine Ceramics (Direct Nitridation) II

本標準物質は、JIS Q 0034:2001 (ISO GUIDE 34: 2000) 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窒化けい素微粉末(直接窒化合成)であり、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】

本標準物質の、10 元素の認証値は以下の通りである。乾燥方法は本認証書に記載された方法による。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。

主成分

元素	認証値 質量分率 (%)	拡張不確かさ 質量分率 (%)	分析方法
全けい素	59.23	0.19	脱水重量 ICP 発光分析併用法
全窒素	38.49	0.22	加圧酸分解/ケルダール蒸留/ 中和滴定法

微量金属成分

元素	認証値 質量分率 (mg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (mg/kg)	分析方法 (*下記参照)
Al	740	18	1), 3), 4)
Ca	72.7	4.6	1), 2), 3), 4)
Fe	196.9	6.0	1), 2), 3), 4)
Mg	10.29	0.40	1), 2), 3), 4)
Mn	2.99	0.14	1), 3), 4)
Ni	2.49	0.17	1), 2), 3), 4)
Ti	8.52	0.26	1), 2), 3), 4)
Zr	2.15	0.10	1), 2), 3), 4)

*分析方法

- 1) 加圧酸分解/誘導結合プラズマ質量分析法、2) 加圧酸分解/同位体希釈誘導結合プラズマ質量分析法、
- 3) 加圧酸分解/誘導結合プラズマ発光分析法、4) アルカリ融解/誘導結合プラズマ発光分析法

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は複数の測定結果を重み付け平均して決定した。主成分の分析は一次標準測定法を用い、微量金属成分の分析は一次標準測定法と精確さが確認された方法、または、精確さが確認された3つ以上の方法を用いた。微量金属成分の分析に用いた方法は、異なる分解方法と複数の機器分析法を含んでいる。

なお認証値の拡張不確かさは、複数の手法による測定結果、試料の均質性および安定性を評価した結果から決定した。

【計量計測トレーサビリティ】

本標準物質のけい素は、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る。また、窒素の分析に用いた中和滴定法ではNMIJ CRM 3001-a（フタル酸水素カリウム）が一次標準物質として用いられた。また微量金属成分は、各元素の標準液としてNMIJ一次標準液、JCSS標準液またはNIST SRMを用いて、一次標準測定法である同位体希釈質量分析法を含む複数の方法によって値付けされた。よって本標準物質の認証値は、国際単位系(SI)にトレーサブルである。

【参考値】

本標準物質の7元素の参考値は以下の通りである。

用いた分析方法では、分解方法または分析方法が一つである。参考値の拡張不確かさ（包含係数 $k=2$ ）は、得られた測定結果の不確かさに均質性および安定性のみを加味して決定した。

微量金属成分

元素	参考値 質量分率 (mg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (mg/kg)	分析方法 (*下記参照)
Ba	6.26	0.58	3), 4)
Co	5.99	0.30	1), 3)
Cr	9.70	0.36	1), 2), 3)
Cu	0.71	0.28	1), 2)
Mo	2.59	0.32	1), 2), 3)
Sr	0.846	0.066	3), 4)
Y	38.8	1.6	1), 3)

*分析方法

- 1) 加圧酸分解/誘導結合プラズマ質量分析法、2) 加圧酸分解/同位体希釈誘導結合プラズマ質量分析法、
- 3) 加圧酸分解/誘導結合プラズマ発光分析法、4) アルカリ融解/誘導結合プラズマ発光分析法

【有効期間】

本標準物質が未開封で下記の**【保存に関する注意事項】**の条件で保存された場合、本認証書は出荷日から1年間有効である。

【形状等】

本標準物質は、微粉末状で、約25gずつガラス瓶に入れられている。

【均質性】

作製した約400瓶から全体を代表するように選んだ16瓶に対して、加圧酸分解/ICP発光分析法を用いて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。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って判定し認証値および参考値の不確かさに反映させた。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】

本標準物質は、直射日光や高温多湿を避け、15℃から35℃で清浄な場所に保存する。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：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。
- (2) 分析に用いる試料量：均質性の観点から一回の分析に用いる量は、全けい素では300mg以上、全窒素では150mg以上、酸素では15mg以上、その他は500mg以上とする。
- (3) 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とする。

- ① 試料を秤量瓶等に採取し、110℃で2時間加熱する。
- ② 過塩素酸マグネシウム入り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窒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25gずつガラス瓶に瓶詰めした。

【参考情報】

2008年1月の認証時において熱加水分解／イオンクロマトグラフ法で測定したふっ素の測定値は、質量分率で3mg/kgであった。また2016年2月に行った安定性モニタリング時において不活性ガス融解／赤外線吸収法で測定した酸素の測定値は、質量分率で1.4%であった。

【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、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。 |
| 2015.12.21 | Yの参考値を修正した。 |
| 2016.7.19 | 酸素およびふっ素の参考値を参考情報に変更した。
認証値と不確かさの有効数字を変更した。
【有効期限】を【有効期間】とし、有効期間を出荷日から1年間とした。 |