

Certified Reference Material
JCRM R 007

窒化けい素（微粉末）認証標準物質

本標準物質は、窒化けい素中の主成分及び不純物成分の含有率を認証したものである。窒化けい素試料中の主成分及び不純物成分分析を行う際、本標準物質を併行分析することにより、分析装置の校正及び分析値の信頼性確保並びに分析方法の妥当性確認に有効である。

本標準物質の荷姿はガラス瓶に各 20 g 入りで、高純度品（R 006）、中純度品（R 007）、低純度品（R 008）の 3 本を 1 セットとして紙製の箱に収納してある。

1. 使用上の注意

- (1) 容器から標準物質を採取する際は、周囲からの汚染に注意する。
- (2) 採取後は速やかに容器に蓋をする。
- (3) 採取後の標準物質は秤量瓶に入れ、110 °C で 2 時間乾燥後、過塩素酸マグネシウム入りデシケーター中で放冷する。
- (4) 開封後は不活性ガス雰囲気下で保存することが望ましい。
- (5) 安全上の注意事項は、別途発行の SDS を参照のこと。

2. 標準物質の調製方法及び均質性確認

不純物量の異なる市販の窒化けい素微粉末 3 種類を購入後、附番（R 006：高純度品、R 007：中純度品、R 008：低純度品）した。それぞれについて目開き 1 mm のプラスチック製ふるいを通した後、ポットミルにて回転・混合し 20 g ずつ小分けして各 390 本作製した。それらより等間隔に各 10 本を抜き取り、蛍光 X 線分析装置による不純物分析を行い、1 本の瓶から 3 個ずつ採取する瓶内均質性と 10 本の瓶から 3 個ずつ採取する瓶間均質性を評価した結果、均質性が良好であることを確認した。

3. 定性分析及び定量成分確認、平均粒径

2. で調製した窒化けい素候補標準物質 3 種類から定性分析用試料を各 1 本採取し、波長分散型の蛍光 X 線分析装置による定性分析を実施した。その結果、主成分の Si、N 以外に、O、F、Mg、Al、P、S、Cl、Ca、Ti、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu、Zr の 17 成分が検出され、P と S を除いたうえで C を加えた 16 成分の定量を行った。

また、レーザ回折/散乱式粒子径分布測定法を用いて測定した平均粒径は、0.08 μm であ

った。

4. 共同実験の実施と認証値の決定

本標準物質の各成分含有率の認証値は、認証標準物質作製小委員会の 16 試験機関による共同実験結果を統計処理して決定した。

(1)分析手法

JIS R 1603 ファインセラミックス用窒化けい素微粉末の化学分析方法(2007)¹⁾で行った。当該 JIS には分析項目として、T.Si、T.N、Al、Fe、Ca、O、C、F、Cl の 9 成分が規定されているが、本認証書の 3. 定性分析で検出され、同 JIS 測定法を準用できると考えられる Ti、Mg、Cr、Mn、Ni、Cu、Zr を追加して定量分析を行った。

分析手法

- a：脱水重量 ICP 発光分光併用法
- b：凝集重量 ICP 発光分光併用法
- c：凝集重量モリブデン青吸光度併用法
- d：加圧酸分解－水蒸気蒸留分離－中和滴定法
- e：不活性ガス融解－熱伝導度法
- f：不活性ガス融解－赤外線吸収法
- g：燃焼(抵抗加熱)－赤外線吸収法
- h：燃焼(高周波加熱)－赤外線吸収法
- i：加圧酸分解－ICP 発光分光法
- j：マイクロ波加熱酸分解－ICP 発光分光法
- k：熱加水分解分離－イオンクロマトグラフ法

(2)共同実験実施期間

2011 年 6 月から 2012 年 1 月の間に行われた。

2018 年 6 月から 2018 年 12 月の間に行われた (酸素のみ)。

(3)認証値及び不確かさ

共同実験を行った 16 試験機関から報告された分析値についてロバスト法の Z スコアを求め、Z スコアが±3 以上の分析値を外れ値として棄却し、外れ値を除いた分析値で平均値、中央値、標準偏差を求めた後、認証値と不確かさ (95 %信頼限界)、さらに所間標準偏差を決定した。認証値を表 1-1 に、参考値を表 1-2 にそれぞれ示す。

表 1-1 JCRM R 007 認証値

mass %

| 成分 | 認証値 ± 不確かさ ^{注1)} | 所間標準偏差 ^{注2)} (SD) | 採用データ 数(N) | 分析方法 ^{注3)} |
|------|---------------------------|-------------------------------|---------------|---------------------|
| T.Si | 59.45 ± 0.19 | 0.26 | 10 | a, b, c |
| T.N | 39.13 ± 0.09 | 0.15 | 14 | d, e, f |
| C | 0.136 ± 0.004 | 0.007 | 12 | g, h |
| Al | 0.0707 ± 0.0009 | 0.0016 | 14 | i, j |
| Fe | 0.0169 ± 0.0003 | 0.0005 | 14 | i, j |
| Ti | 0.0058 ± 0.0001 | 0.0001 | 13 | i, j |
| Ca | 0.0931 ± 0.0016 | 0.0028 | 14 | i, j |
| Mg | 0.0068 ± 0.0002 | 0.0003 | 14 | i, j |
| Cr | 0.0049 ± 0.0001 | 0.0002 | 12 | i, j |
| Mn | 0.0028 ± 0.0001 | 0.0001 | 13 | i, j |

注 1) 不確かさは、共同実験で得られた平均値の 95 %信頼限界であり、 $(t \times SD) \div \sqrt{N}$ で求めた ($t : t$ 分布表による)。

注 2) 標準物質使用者が、本認証物質を分析して得た値を評価する際、上記不確かさのほか、所間標準偏差を考慮するのが妥当である ²⁾。

注 3) 分析方法のアルファベットは、本認証書 4. 共同実験の実施と認証値の決定方法の分析手法を参照のこと。

表 1-2 JCRM R 007 参考値

mass %

| 成分 | 参考値 ^{注4)} | 採用データ数 | 分析方法 ^{注3)} |
|----|--------------------|--------|---------------------|
| O | 0.85 ± 0.03 | 12 | f |
| F | 0.0532 ± 0.0034 | 4 | k |
| Cl | 0.0065 ± 0.0007 | 4 | k |
| Ni | < 0.0008 | 12 | i |
| Cu | < 0.0006 | 11 | i |
| Zr | < 0.0007 | 13 | i, j |

注 4) 参考値は、①定量下限値 (発光分析法によって求めた元素については、検量線用溶液のゼロを 10 回測定したときの $10\sigma \times \sqrt{2}$ (σ は標準偏差) に相当する元素濃度) 未満の成分又は②採用データ数が少ない成分とした。

5. トレーサビリティ

各試験機関に候補標準試料の共同実験に関する器具・装置・薬品管理情報及び分析者情報を調査した結果、測定元素に関しては SI トレーサブルの各種標準液を使用し、天びんについても適正な校正がなされており、トレーサビリティがとれていることを確認した。

6. 認証日

2012年2月28日に、公益社団法人日本セラミックス協会 標準化委員会で認証された。

2019年4月18日に、公益社団法人日本セラミックス協会 標準化委員会で再認証された(酸素のみ)。

7. 有効期限

直射日光及び高温多湿を避け、室温で清浄な場所に未開封の状態での保管した場合の有効期限は2037年3月31日とする。

8. 共同実験及び均質性確認などに協力した試験機関

共立マテリアル株式会社
コバレントマテリアル株式会社
昭和電工株式会社 塩尻事業所
昭和電工株式会社 分析物性センター
株式会社住化分析センター
大平洋ランダム株式会社
電気化学工業株式会社
東芝ナノアナリシス株式会社
株式会社東レリサーチセンター
日本ガイシ株式会社
日本特殊陶業株式会社
株式会社ノリタケカンパニーリミテド
株式会社堀場製作所
マイルストーンゼネラル株式会社
エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社
株式会社ユニケミー
スペクトリス株式会社
株式会社リガク
LECOジャパン合同会社

9. 生産及び頒布機関

公益社団法人日本セラミックス協会

10. 調製機関

環境テクノス株式会社（北九州市戸畑区中原新町2番4号）

11. 認証責任者

公益社団法人日本セラミックス協会 標準化委員会 委員長 岩本雄二

12.改訂履歴

2019年4月18日

2018年6月から2018年12月の間に行われた酸素値確認共同実験結果を受け、酸素認証値の参考値への変更及び採用データ数変更、新たに共同実験に参加したLECOジャパン合同会社を追加した。

文献・資料

- 1) 日本規格協会：**JIS R 1603** ファインセラミックス用窒化けい素微粉末の化学分析方法(2007).
- 2) 日本分析化学会：無機成分分析用石炭灰認証標準物質 JSAC 0521、JSAC 0522 開発成果報告書(2009).

問い合わせ先

公益社団法人日本セラミックス協会

〒169-0073 東京都新宿区百人町2-22-17

TEL 03-3362-5231 FAX 03-3362-5714

発行日：2019年5月1日