

社団法人 日本セラミックス協会 認証標準物質認証書

Certified Reference Material
JCRM R 036

アルミナ（微粉末）認証標準物質

本標準物質は、アルミナ中の不純物成分の含有率を認証したものであり、アルミナ試料中の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で、分析値及び分析方法、並びに分析装置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 50 g 入りで、高純度品（R 034）、標準品（R 035）、低ソーダ品（R 036）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) 標準物質を容器から採取する際は、周り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) 安全上の注意事項は、別途発行の MSDS をご参照下さい。

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アルミナ微粉末 3 種類を購入後、附番（R 034：高純度品、R 035：標準品、R 036：低ソーダ品）とした。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 50 g ずつ小分けして各 440 本作製した。それらより等間隔に各 10 本を抜き取り、波長分散型蛍光 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. で調製したアルミナ候補標準物質 3 種類のうちの 1 種類から定性分析用試料を 1 本採取し、2 社の蛍光 X 線分析装置および 1 社の固体発光分光分析装置による定性分析を実施した。その結果、主成分の Al 以外に、Si、Fe、Ti、Ca、Mg、Na、K、Zr、S、Ni、Cu、Zn、Ga、Sr、B、Cl の 16 成分が検出され、16 成分に LOI（強熱減量）を加えた 17 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、50 μm であった。

4. 認証値の決定方法

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 19 試験機関による共同実験結果の異常値を除いた後の平均値を認証値とした。

(1) 分析方法

JIS R 1649 ファインセラミックス用アルミナ微粉末の化学分析方法¹⁾ (Cl は JCRS 109 ファインセラミックス用アルミナ微粉末中の環境影響成分の化学分析方法²⁾) で行った。JIS R 1649 には分析項目として、LOI、SiO₂、Fe₂O₃、TiO₂、CaO、MgO、Na₂O、K₂O、Cr₂O₃、MnO、V₂O₅、ZrO₂、SO₃ の 13 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なかった Cr₂O₃、MnO、V₂O₅ を取り止め、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 NiO、CuO、ZnO、Ga₂O₃、SrO、B₂O₃、Cl を追加して定量分析を行った。

① 分析手法

- a : 加圧硫酸分解－誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-AES)
- b : マイクロ波加熱硫酸分解－誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-AES)
- c : マイクロ波加熱硫酸分解－誘導結合プラズマ質量分析法 (ICP-MS)
- d : 加圧硫酸分解－原子吸光分析法 (AAS)
- e : 加圧硫酸分解－炎光光度分析法 (FES)
- f : マイクロ波加熱硫酸分解－原子吸光分析法 (AAS)
- g : 加圧炭酸ナトリウム浸出－イオンクロマトグラフ法 (IC)
- h : 熱加水分解－イオンクロマトグラフ法 (IC)
- i : 電気炉加熱－重量分析法

(2) 共同実験実施期間

2009 年 6 月から 2009 年 12 月の間に行われた。

(3) 認証値及び不確かさ

共同実験を行った 19 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めた。認証値を表 1-1 に、参考値を表 1-2 に示した。

表 1-1 R 036 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)}
SiO ₂	0.0569 ± 0.0037	0.0072	17	a, b, c
Fe ₂ O ₃	0.0139 ± 0.0001	0.0003	18	a, b, c
TiO ₂	0.0032 ± 0.0001	0.0001	17	a, b, c
CaO	0.0242 ± 0.0005	0.0011	19	a, b, c
MgO	0.0006 ± 0.0001	0.00010	19	a, b, c
Na ₂ O	0.0316 ± 0.0008	0.0014	15	a, b, c, d
ZrO ₂	0.0004 ± 0.00003	0.00006	15	a, b
ZnO	0.0007 ± 0.0001	0.00009	17	a, b, c
Ga ₂ O ₃	0.0076 ± 0.0002	0.0005	18	a, b, c
SrO	0.0002 ± 0.00001	0.000014	14	a, b
B ₂ O ₃	0.0533 ± 0.0014	0.0029	19	a, b, c

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(U95%)⁴⁾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。³⁾

注3) 分析方法のアルファベットは、本認証書4. 認証値の決定方法の①分析手法をご参照下さい。

表 1-2 R 036 参考値

mass %

成分	参考値 ^{注4)}	採用データ数	分析方法 ^{注3)}
LOI	0.072	15	i
K ₂ O	0.0002	14	a, b, c, d, e
SO ₃	<0.0007	5	b, g, h
NiO	<0.0004	19	a, b
CuO	<0.0003	20	a, b, c
Cl	<0.0004	6	g, h

注4) 参考値は、①平均値に対する相対標準偏差(RSD) = (不確かさ ÷ 試験所の平均値) × 100 が20%を超える成分と、②定量下限値未満の成分、③さらに認証標準物質作製小委員会で参考値とすることを決めたLOI(強熱減量)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

2010年3月25日に、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。

7. 有効期限

直射日光および高温多湿を避け、室温で清浄な場所に未開封の状態では保管した場合の有効期限は2025年3月31日とする。

8. 共同実験およ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

独立行政法人 産業技術総合研究所 中部センター

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

TOTO 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ッド

独立行政法人 物質・材料研究機構

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 村田製作所

スペクトリス 株式会社

株式会社リガク

9. 生産及び頒布機関

社団法人 日本セラミックス協会

1 0 . 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）

1 1 . 認証責任者

社団法人 日本セラミックス協会 標準化委員会
委員長 小林 雄一

文献又は資料

- 1) 日本規格協会：JIS R 1649-2002 ファインセラミックス用アルミナ微粉末の化学分析方法
- 2) 日本セラミックス協会：JCRS 109-2006 ファインセラミックス用アルミナ微粉末中の環境影響成分の化学分析方法
- 3) (社) 日本分析化学会：分析化学 **59**, No2, 137 (2010)「無機成分分析用石炭灰認証標準物質 JSAC 0521, JSAC 0522 の開発」
- 4) (社) 日本分析化学会「無機成分分析用河川水標準物質作製小委員会」：分析化学 **55**, No11, 875 (2006).「無機成分用河川水標準物質(JSAC 0301-1, JSAC 0301-2, JSAC 0302) の開発」

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：2010年4月1日