

標準物質の値付けの実施について

標準物質（pH 標準液以外の標準液）：

スカンジウム標準液、イットリウム標準液、
ランタン標準液、セリウム標準液、
プラセオジム標準液、ネオジム標準液、
サマリウム標準液

- ・希土類元素（レアアース）は、自動車や電子機器などの製造に不可欠であり、その独特な光学的特性や磁気的特性により、電気自動車・ハイブリッドカーのモータやLED蛍光体などに使用されている。希土類元素の含有量は、製品の物性・特性・性能等に大きく影響を及ぼすため、希土類元素を含む製品の品質保証の観点から、精確な評価が求められている。
- ・加えて、希少な元素の資源確保の観点から、より効率的な回収とリサイクル技術の確立・運用においても精確な含有量の評価が必要であり、経済的、社会的な意義は大きい。
- ・産業技術総合研究所において当該標準液に係る値付け技術が確立したことから、希土類元素7種の単成分標準物質（スカンジウム標準液、イットリウム標準液、ランタン標準液、セリウム標準液、プラセオジム標準液、ネオジム標準液、サマリウム標準液）の値付けを開始することとしたい。

1. 背景

地球上の存在量が稀であるか、技術的・経済的な理由で抽出困難な金属のうち、工業需要があり、安定供給の確保が政策的に重要であるものを、鉱業審議会においてレアメタルと定義（現在、31種類が対象）している。レアメタルのうち、17元素（スカンジウム（Sc）、イットリウム（Y）の2元素、及びランタン（La）からルテチウム（Lu）までの15元素（周期表における3族 第6周期））は、希土類元素（レアアース）と称され、その独特な光学的特性や磁気的特性により、次世代自動車、スマートフォン、レーザ等、最先端技術を含む様々な技術に使用されている。

具体的には、スカンジウムは触媒、夜間照明の発光体、3Dプリント等に、イットリウムは超伝導体、光学レンズ、セラミックス等に、ランタンは光学ガラス、セラミックスコンデンサ等に、セリウムは次世代自動車の排ガスの浄化システム、UVカットガラス等に使用される。また、プラセオジム、ネオジム及びサマリウムは超強力永久磁石等に使用される。

このように、希土類元素は工業製品の性能における極めて重要な元素であり、その含有量は、製品の物性・特性・性能に大きく影響を及ぼすため、精確な評価が求められている。また、希土類元素を含む製品の品質保証のみならず、希少な元素の資源確保の観点から、より効率的な回収とリサイクル技術の確立及び運用が必要とされている。このような背景から、希土類元素の精確な含有量の評価は経済的、社会的な意義が大きい。

また、各分野において利用されるスカンジウム、イットリウム、ランタン、セリウム、プラセオジウム、ネオジウム、サマリウムの量を精確に評価するためには国際単位系にトレーサブルな各元素標準液が必要不可欠である。

今般、産業技術総合研究所において、国際単位系にトレーサブルな質量分率（純度）とモル質量の認証値を持つ高純度亜鉛認証標準物質（NMIJ CRM）が開発され、さらに高純度亜鉛認証標準物質（NMIJ CRM）を基準とした一次標準測定法¹の一つである直接（キレート）滴定法による希土類元素7種（スカンジウム、イットリウム、ランタン、セリウム、プラセオジウム、ネオジウム、サマリウム）の値付け方法が確立された。これにより、希土類元素7種の各特定標準物質への値付けの実施が技術的に可能となったので、スカンジウム、イットリウム、ランタン、セリウム、プラセオジウム、ネオジウム、サマリウムに関して、特定標準物質を用いて行う標準物質の値付け（特定標準器による校正等）を開始することとしたい。

2. 特定標準器による校正等に用いる特定標準物質

特定標準物質は、スカンジウム標準液、イットリウム標準液、ランタン標準液、セリウム標準液、プラセオジウム標準液、ネオジウム標準液及びサマリウム標準液であって、指定校正機関（一般財団法人化学物質評価研究機構）が保管する標準液製造用精密天びん、超純水製造装置及び分析計測装置を用いて製造されたものである。

特定標準物質の値付けに際しては、産業技術総合研究所が供給する高純度亜鉛認証標準物質（NMIJ CRM）を基準物質として用いる。まず、基準物質から特定標準物質の値付けに用いるための亜鉛標準物質溶液を質量比混合法によって調製し、調製溶液密度から濃度を決定する。この亜鉛標準物質溶液を用いた特定標準物質の値付け方法としては、電位差滴定装置による直接（キレート）滴定法で測定し、滴定液であるエチレンジアミン四酢酸（以下、EDTA）溶液の濃度を決定（標定）する。このようにして濃度を決定したEDTA溶液を用いて希土類元素7種それぞれの単成分である特定標準物質を直接（キレート）滴定法で測定し、特定標準物質それぞれの濃度を決定する。

¹ 一次標準測定法は、最高の質を有し、その操作が完全に記述され、理解され、かつ不確かさがSI（国際単位系）を用いて完全に記述できる方法と定義されている。メートル条約の下、国際度量衡委員会／物質質量諮問委員会（CIPM/CCQM）において一次標準測定法として認められているのは、重量法（質量比混合法、重量分析法）、電量分析法、滴定法、凝固点降下法、同位体希釈質量分析法である。

3. 特定標準器による校正等（特定標準物質を用いて行う標準物質の値付け）の不確かさ

特定標準器による校正等（特定標準物質による特定二次標準物質の値付け）は、EDTA溶液を用いた直接（キレート）滴定法により行う。

特定標準器による校正等を行う標準物質（特定二次標準物質）の値付けの不確かさは、以下に示す①特定標準物質の特性値の標準不確かさ、②特定標準器による校正等を行う標準物質（特定二次標準物質）の測定の標準不確かさを合成して求める。

①特定標準物質の特性値の標準不確かさは、①-1基準物質から調製する亜鉛標準物質溶液の濃度、①-2 亜鉛標準物質溶液によるEDTA溶液の標定、①-3 標定したEDTA溶液による各特定標準物質の測定及び①-4 特定標準物質の保存安定性、のそれぞれの標準不確かさを合成して求める。

①-1 基準物質から調製する亜鉛標準物質溶液の濃度の標準不確かさは、基準物質の質量分率の不確かさ（認証書に記載されている値）、溶液調製の標準不確かさ、亜鉛標準物質溶液の保存安定性（6ヶ月）及び密度測定のそれぞれの標準不確かさを合成する。

①-2 亜鉛標準物質溶液によるEDTA溶液の標定の標準不確かさは、基準物質（亜鉛）のモル質量の不確かさ（認証書に記載されている値）と滴定操作の標準不確かさ（滴定ビュレットの吐出量及び滴定の3回の繰返し性の標準不確かさ）のそれぞれの標準不確かさを合成する。

①-3 標定したEDTA溶液による各特定標準物質の測定の標準不確かさは、各希土類元素のモル質量の不確かさ（IUPAC Technical Report (Standard atomic weight of the elements 2021) に記載されている値）と滴定操作の標準不確かさ（滴定ビュレットの吐出量及び滴定の3回の繰返し性）及び各特定標準物質の測定に影響する不純物による標準不確かさを合成する。

①-4 特定標準物質の保存安定性に伴う標準不確かさは、実施した各希土類元素7種の特定標準物質をJIS Q 0035に従って解析した安定性試験データ（12ヶ月）から見積もった（容器はポリエチレン製容器、保存温度は20 °C±5 °Cの条件）。

②特定標準器による校正等を行う標準物質（特定二次標準物質）の測定の標準不確かさは、それぞれ滴定の3回の繰返し性及び各特定二次標準物質の測定に影響する不純物による標準不確かさを合成する。

以上の標準不確かさは、全て濃度に対する相対標準不確かさ（%）として求め、それらを二乗和した値の正の平方根を合成標準不確かさとし、約95 %の信頼の水準に相当する包含係数（ $k = 2$ ）を乗じて拡張不確かさを求めた。

特定標準器による校正等（特定標準物質による特定二次標準物質への値付け）の
不確かさ（相対値）

標準物質 の種類	① 特定標準物質の特性値の標準不確かさ				② 特定標準器による校正等を行う標準物質（特定二次標準物質）の測定の標準不確かさ u_{k2} (%)	合成標準不確かさ u (%)	拡張不確かさ ($k = 2$) U (%)
	①-1 基準物質から調製する亜鉛標準物質溶液の濃度の標準不確かさ u_{CRM} (%)	①-2 亜鉛標準物質溶液による EDTA 溶液の標準不確かさ u_{EDTA} (%)	①-3 標定した EDTA 溶液による各特定標準物質の測定の標準不確かさ u_{k1} (%)	①-4 特定標準物質の保存安定性の標準不確かさ u_s (%)			
スカンジウム標準液	0.055	0.0838	0.1175	0.0174	0.0449	0.1618	0.4
イットリウム標準液			0.1167	0.0191	0.0326	0.1584	0.4
ランタン標準液			0.1175	0.0256	0.0372	0.1609	0.4
セリウム標準液			0.1376	0.0304	0.0871	0.1936	0.4
プラセオジム標準液			0.1183	0.0146	0.0374	0.1602	0.4
ネオジム標準液			0.2333	0.0151	0.2314	0.3439	0.7
サマリウム標準液			0.1235	0.0242	0.0586	0.1712	0.4

4. 特定標準器による校正等を行う者

一般財団法人化学物質評価研究機構（指定校正機関）

5. 特定標準器による校正等を行う標準物質及び校正等の期間

特定標準器による校正等を行う標準物質	期間
スカンジウム標準液であって、濃度が1 g/Lのもの イットリウム標準液であって、濃度が1 g/Lのもの ランタン標準液であって、濃度が1 g/Lのもの セリウム標準液であって、濃度が1 g/Lのもの プラセオジム標準液であって、濃度が1 g/Lのもの ネオジム標準液であって、濃度が1 g/Lのもの サマリウム標準液であって、濃度が1 g/Lのもの	12月

6. トレーサビリティ体系図

