

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 4222-c
No. +++

水分分析用標準液 (0.1 mg/g)

Water in Mesitylene (0.1 mg/g)

本標準物質は、ISO GUIDE 34:2009 および ISO/IEC 17025:2005 に適合するマネジメントシステムに基づき生産された、メシチレンをマトリックスとした水分分析用標準液であり、カールフィッシャー (KF) 水分計による水分の定量において、分析の精度管理、分析方法や分析装置の妥当性確認の他、分析装置の校正に用いることができる。

【認証値】

本標準物質の認証値 (質量分率で表したメシチレン中の水分) は以下の通りである。認証値の拡張不確かさは、合成標準不確かさと包含係数 $k=2$ から決められた値であり、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。

| 化合物 | CAS番号 | 認証値 質量分率 (mg/kg) | 拡張不確かさ 質量分率 (mg/kg) |
|-----|-----------|---------------------|------------------------|
| 水 | 7732-18-5 | 125 | 3 |

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、電量滴定方式および容量滴定方式の KF 水分計により得られた測定値より決定した。認証値は、2つの方法による定量値からそれぞれの不確かさの逆数で重み付けして求めた平均値であり、不確かさには方法間差も含めた。

【計量計測トレーサビリティ】

本標準物質の認証値は、一次標準測定法である電量滴定および容量滴定により決定した。電量滴定法については、KF水分計の印加電流の回路にJCSS校正された標準抵抗を直列に加え、その両端の電圧降下をJCSS校正された電圧計により測定することで、電流のトレーサビリティを確認した。さらに、印加時間をJCSS校正された周波数カウンタで測定することで、印加された電気量 (電流×時間) のトレーサビリティを確保した。また、容量滴定法による定量値は、バイオエタノール認証標準物質 (NMIJ CRM 8301-a) 中の水分を基準に力価が決められた滴定剤を用いて求めたものである。以上より、認証値は国際単位系 (SI) にトレーサブルである。

【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6ヶ月間有効である。

【形状等】

本標準物質は常温では無色透明の液体で、約 8.5 mL が 10 mL 褐色ガラスアンプルに封入されている。

【均質性】

作成した 84 本から層別してランダムに選んだ 9 本のアンプルについて、電量滴定方式の KF 水分計により測定し、その結果を分散分析することによって均質性を確認した。評価した均質性に起因する不確かさは、認証値の不確

かさに含まれており、本標準物質は認証値の不確かさの範囲内で均質である。

【保存に関する注意事項】

本標準物質は、遮光し、15℃から30℃の範囲で清浄な場所に保存すること。

【使用に関する注意事項】

軽く振り混ぜ、数分間静置後に開封し、揮発や吸湿あるいは脱水を避けるため速やかに使用すること。なお、開封から測定までの操作を相対湿度20%から50%の条件下で行うこと。開封後直ちにアンプルに付属のゴムキャップをかぶせ、試料採取にはガスタイトシリンジなどを用いること。また、アンプル内が減圧になるのを避けるため、試料採取時にゴムキャップにはシリンジとは別の注射針を刺すこと。試験研究用以外には使用しないこと。

【取り扱いにおける注意事項】

火気や換気に注意し、保護マスクや保護手袋等を着用すること。本標準物質は消防法を遵守して取り扱い、保管や廃棄を行うこと。安全データシート（SDS）に従って取り扱うこと。

【製造方法等】

メシレン（1,3,5-トリメチルベンゼン）約5Lをガラス瓶に入れ、大気雰囲気下でかくはんし、水分が一定の値を示した後、約8.5mLずつを褐色ガラスアンプルに封入した。

【参考情報】

振動式密度計により求めた本標準物質の密度は、0.8611 g/cm³（25℃）、0.8652 g/cm³（20℃）および0.8693 g/cm³（15℃）であった。

【生産担当者】

本標準物質の生産に関する技術管理者は高津章子、生産責任者は稲垣真輔、値付け担当者は稲垣真輔、沼田雅彦、鈴木俊宏、朝海敏昭、羽成修康、石川啓一郎、岩澤良子である。

【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。

2017年6月21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/>

水分分析用標準液（0.1 mg/g）の補足資料

【測定手順（一例）】

本標準物質の測定手順の一例を以下に示す。

- ① 水分計を測定可能な状態にする。
- ② 本標準物質のアンブルを軽く振り混ぜ、2～3分間静置する。
- ③ アンブルを開封し、直ちに付属のゴムキャップを開口部に取り付ける。
- ④ 試料採取時にアンブル内が減圧にならないようにするため、ゴムキャップに注射針を刺す。
- ⑤ ガスタイトシリンジに標準物質約 1 mL を採取し、シリンジの内部を十分に共洗いする。
- ⑥ 約 6.5 mL の標準物質を気泡が混入しないように注意しながら採取する。
- ⑦ シリンジ先端をキムワイプなどで軽くふき取る。
- ⑧ シリンジ先端を上に向けて気泡を抜き、シリコンゴム片を針先に付ける。
- ⑨ シリンジを秤量する。
- ⑩ シリコンゴム片を外し、標準物質約 1.5 mL を電解セルに注入して測定する。
- ⑪ シリンジを抜き、シリコンゴム片を針先に付ける。
- ⑫ シリンジを再度秤量する。
- ⑬ ⑨～⑫の手順を繰り返し、測定を 3 回行う。