

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 3003-a
No. +++三酸化二ひ素
Arsenic(III) Trioxide

本標準物質は、JIS Q 0034 (ISO GUIDE 34) に適合する品質システムに基づき生産された高純度三酸化二ひ素であり、よう素標準液等の標定のための酸化還元滴定等の基準として用いることができる。

【認証値】

本標準物質の還元剤としての純度（三酸化二ひ素としての質量分率 (%)）の認証値は以下の通りである。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を示す。

	認証値(質量分率 (%))	拡張不確かさ(質量分率 (%))
三酸化二ひ素として表した還元剤としての純度	100.001	0.018

【認証値の決定方法】

純度(質量分率 (%))は、瓶詰め順に基づいて層化ランダムサンプリングを行い9本抜き取り、よう素を電解発生させる電量酸化滴定法によって測定した結果に基づいている。その測定中に生成したあるいは元来存在しているひ素(V)の存在量も考慮して不確かさを計算した。この純度は、還元剤としての純度を三酸化二ひ素の割合として示した質量分率である。三酸化二ひ素の式量 (197.8414) の計算には IUPAC の原子量表 (2007) の原子量の値を用いた。ファラデー定数は 96485.3399 C/mol を用いた。浮力補正のための三酸化二ひ素の密度として 3.74 g/cm^3 (25 °C) を用いた。

上記の電量酸化滴定においては、以下の溶液を試料として用いた。すなわち、本標準物質 1.3 g を 2.6 mol/L のアンモニア水 20 mL に約 30 分間加熱して溶解後、1.0 mol/L の硫酸を加えて中和し、最終的には水を加えて 1000 mL とし pH 3~6 になるようにしたものである。この調製操作は大気中で行ったが、用いた水は減圧下で超音波によって脱ガスした純水である。この溶液中のひ素(V)のひ素(III)に対する物質質量分率は約 0.020 % であった。なお、大気中において本標準物質を水酸化ナトリウム溶液あるいは炭酸ナトリウム溶液に溶解すると、アンモニア水に溶解した場合に比べて溶液中のひ素(V)のひ素(III)に対する物質質量分率が大きくなることが分かっている。

【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酸化滴定法による純度測定に基づいて決定されたものであり、国際単位系 (SI) にトレーサブルである。

【国際相互承認】

本認証標準物質はメートル条約下の国際相互承認協定 (CIPM MRA) に基づいて国際的な同等性が認められている。本標準物質に関係する NMIJ の校正測定能力 (CMC) は国際度量衡局 (BIPM) のデータベース (KCDB) 付属書 C (<http://kcdb.bipm.org/AppendixC/default.asp>) に登録されている。

【有効期限】

本標準物質の有効期限は、未開封で下記の保存条件のもとで 2019 年 3 月 31 日である。

【形状等】

本標準物質は硬質ガラス瓶に約 10 g 入っており、常温では白色の粉末である。

【均質性】

本標準物質（10 g ずつ 120 本瓶詰め）の均質性に起因する不確かさは、瓶詰め順に基づいて層化ランダムサンプリングを行い 9 本抜き取り、一定条件下におけるみかけの純度を電量酸化滴定法で測定することによって評価した。求めた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】

保存は室温かつ湿度約 60 %以下で行い、瓶は密閉した状態において酸・アルカリやその他の影響を受けないようにする。なお、本標準物質は毒物及び劇物取締法上の毒物としての取り扱いが必要である。

【使用に関する注意事項】

使用にあたっては、110 °Cで 2 時間乾燥した後にシリカゲルデシケーター中で 30 分間放冷する。均質性の観点から一回の使用量は 1.3 g 以上とする。瓶から取り出して乾燥したものは速やかに使用することとし、改めて乾燥して用いてはならない。

【取り扱いにおける注意事項】

安全データシート（SDS）に従って取り扱うこと。

【製造方法等】

候補標準物質は、和光純薬工業株式会社から購入したもので、三酸化二ひ素（Spectrum 製）を小分け・瓶詰めしたものである。

【生産担当者】

本標準物質の生産に関する技術管理者および生産責任者は日置昭治、値付け担当者は鈴木俊宏である。

【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。

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

- 2012.12.20 有効期限を 2014.03.31 から 2019.03.31 に延長した。
- 2012.12.20 国際相互承認の項目を追加した。
- 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。
- 2017.05.11 **【情報の入手】**の記載を更新した。
【取り扱いにおける注意事項】を追記した。

