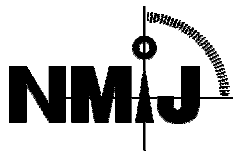


国立研究開発法人 産業技術総合研究所
計量標準総合センター 標準物質認証書



認証標準物質

NMIJ CRM 5002-a

No. +++

ポリスチレン 500

Polystyrene 500



本標準物質は、ISO GUIDE 34-2000 および ISO/IEC 17025-1999 に適合する品質システムに基づき生産された認証標準物質であり、高分子の分子量分布や平均分子量を決定する際、計測装置の校正、計測の精度管理、計測法の妥当性確認に用いることができる。

【認証値】

(1) 本標準物質中に含まれるポリスチレンの各重合度成分の重合度、分子量、質量分率およびモル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の半分の幅を表す。

重合度 i	分子量 M_i	認証値 質量分率 w_i	拡張不確かさ $U(w_i) (k=2)$	認証値 モル分率 x_i	拡張不確かさ $U(x_i) (k=2)$
1	162.27	0.0187	0.0010	0.0502	0.0027
2	266.42	0.1299	0.0051	0.2126	0.0072
3	370.57	0.2299	0.0079	0.2706	0.0076
4	474.72	0.2256	0.0076	0.2073	0.0062
5	578.87	0.1752	0.0056	0.1320	0.0042
6	683.02	0.1117	0.0041	0.0713	0.0027
7	787.17	0.0609	0.0023	0.0338	0.0014
8	891.32	0.0287	0.0010	0.0141	0.0005
9	995.46	0.0122	0.0004	0.0054	0.0002
10	1099.61	0.0047	0.0002	0.0019	0.0001
11	1203.76	0.0017	0.0001	0.00060	0.00002
12	1307.91	0.00060	0.00002	0.00020	0.00001
13	1412.06	0.00022	0.00002	0.000069	0.000006

(2) 本標準物質中に含まれるポリスチレンの重量平均分子量 M_w 、数平均分子量 M_n 、ピーク平均分子量 M_p 、および多分散度 $P(=M_w/M_n)$ の認証値は以下の通りである。 M_w および M_n はそれぞれ各重合度成分の質量分率とモル分率から計算された。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の半分の幅を表す。

	認証値	拡張不確かさ($k=2$)
M_w	501.7	6.8
M_n	436.2	5.6
M_p	475.3	8.0
$P(=M_w/M_n)$	1.150	0.030

【認証値の決定方法】

各成分の重合度はマトリックス支援レーザー脱離イオン化飛行時間型質量分析 (MALDI-TOFMS) により決定され、その分子量値はIUPAC 原子量表 (2001) により算出された。それらの質量分率、モル分率、重量平均分子量、数平均分子量、および多分散度は超臨界流体クロマトグラフィー (SFC) により得られたクロマトグラムから決定された。SFC クロマトグラムは紫外吸収検出器により得られたが、重合度 ∞ を1とした相対紫外吸光度係数の重合度依存性は均一ポリスチレンを基準に用いて決定した。なお、これら均一ポリスチレンの分子量はMALDI-TOFMS により決定した重合度から IUPAC 原子量表 (2001) にもとづき計算された。ピーク平均分子量は示差屈折率検出器を用いたサイズ排除クロマトグラフィー (SEC) により得られたクロマトグラムのピーク溶出時間に対応する分子量であり、上記の均一ポリスチレン基準物質により作成された校正曲線から決定された。なお、値付けの際に用いたカラム (4.8 mm ID×250 mm を2本) の総理論段数は重合度1の成分 (モノマー) で33400 であり、校正曲線は線形であった。

【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2023年11月19日である。

【形状等】

本標準物質は高粘度の液体であり、0.4 g ずつ褐色ガラス瓶に瓶詰めされている。

【均質性】

小分けした146本の瓶から瓶詰め順でほぼ等間隔に抜き取った6本の瓶について、SFC クロマトグラムを測定し、その分散分析の結果から本標準物質の均質性を確認した。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】

本標準物質は化学的に安定であるが、保存に当っては室温下にて遮光保存すること。また、一度開封した後は密栓した状態で保存すること。

【使用に関する注意事項】

開封後はすみやかに使用すること。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】

安全データシート (SDS) を参考にして取り扱うこと。

【製造方法】

本標準物質は東ソー株式会社によりアニオン重合法で製造されたものであり、0.4 g ずつ褐色ガラス瓶に瓶詰めしたものである。

【参考情報】

SEC により決定したみかけの重量平均分子量 M_w は 494.9 ± 8.2 、数平均分子量 M_n は 426.5 ± 7.6 、および多分散度 P は 1.1604 ± 0.0036 であった。これら参考値の \pm に続く数値は、認証値の不確かさを算出する際に用いた方法と同様に計算された95%信頼区間に相当している。SEC 測定にあたって重合度1から41の14種類の均一ポリスチレン試料により校正曲線を作成した。また、各溶出時間での濃度算定にあたって示差屈折率増分の重合度依存性も考慮した。これらの参考値は、SEC クロマトグラムの広幅化現象のために認証値とは本質的に一致しない。一方、示差屈折率増分の重合度依存性を考慮せずに SEC クロマトグラムより決定された見かけの重量平均分子量 $M_{w,uc}$ は 512.9 ± 5.8 、見かけの数平均分子量 $M_{n,uc}$ は 448.1 ± 5.1 、見かけの多分散度 P_{uc} は 1.1446 ± 0.0004 であった。なお、これら参考値の \pm に続く数値は繰返し実験の標準偏差である。

【生産担当者】

本標準物質の技術管理者および生産責任者は衣笠晋一、値付け担当者は衣笠晋一、佐藤圭祐、岸根加奈、板倉正尚である。

【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。

【付記】

本標準物質は、新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）が(社)日本化学工業協会に委託し、さらに(財)化学技術戦略推進機構（JCII）に再委託した知的基盤創成・利用技術研究開発事業「高分子に関する標準物質の研究開発」（平成11（1999）年～13（2001）年度実施）により行った研究開発の成果をもとにしている。研究開発では、「高分子に関する標準物質開発研究委員会」を構成し、技術的な課題等について検討を行った。委員会に参加した外部機関は、東京都立産業技術研究所、工学院大学、(株)住化分析センター、(株)三井分析センター、三菱化学(株)、(株)東レリサーチセンター、日本プラスチック工業連盟、関東化学(株)、(財)化学技術戦略推進機構である。

【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

2013.07.22	有効期限を 2013.11.19 から 2023.11.19 に延長した。
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。