

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 5004-a
No. +++

ポリスチレン 1000

Polystyrene 1000

本標準物質は、ISO 17034 及び ISO/IEC 17025 の要求事項に適合するマネジメント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 $U(x_i) (k=2)$
2	266.42	0.0104	0.0012	0.0340	0.0039
3	370.57	0.0306	0.0012	0.0716	0.0026
4	474.72	0.0399	0.0014	0.0730	0.0025
5	578.87	0.0629	0.0022	0.0943	0.0031
6	683.02	0.0866	0.0027	0.1101	0.0033
7	787.17	0.1055	0.0032	0.1164	0.0033
8	891.32	0.1158	0.0034	0.1128	0.0031
9	995.46	0.1151	0.0034	0.1004	0.0028
10	1099.61	0.1056	0.0031	0.0834	0.0024
11	1203.76	0.0898	0.0027	0.0648	0.0019
12	1307.91	0.0718	0.0021	0.0476	0.0014
13	1412.06	0.0541	0.0016	0.0332	0.00103
14	1516.21	0.0391	0.0012	0.0224	0.00071
15	1620.36	0.0268	0.0008	0.0144	0.00047
16	1724.51	0.0178	0.0006	0.0090	0.00029
17	1828.66	0.0114	0.0004	0.0054	0.00018
18	1932.81	0.0070	0.0002	0.0032	0.00010
19	2036.96	0.0042	0.0001	0.0018	0.00006
20	2141.10	0.0025	0.0001	0.0010	0.00003
21	2245.25	0.0015	0.00005	0.00056	0.00002
22	2349.40	0.00081	0.00003	0.00030	0.00001
23	2453.55	0.00043	0.00002	0.00015	0.00001
24	2557.70	0.00022	0.00001	0.000074	0.000003
25	2661.85	0.00013	0.00001	0.000042	0.000004
26	2766.00	0.00008	0.00001	0.000024	0.000003

- (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	1012.9	8.6
M_n	868.3	7.3
M_p	1021.4	6.1
$P(=M_w/M_n)$	1.167	0.019

【認証値の決定方法】

本標準物質の質量分率、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、本標準物質の各成分の分子量および均一ポリスチレンの分子量は、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 32100 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 2024 年 3 月 31 日である。

【形状等】

本標準物質は常温では無色の高粘潤体で、0.5 g ずつ褐色ガラス瓶に封入されている。

【均質性】

小分けした 151 本の瓶から瓶詰め順でほぼ等間隔に抜き取った 5 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】

保存に当たっては遮光し、5 °C から 35 °C で保存すること。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。

【製造等】

本標準物質は、東ソー株式会社により通常のアニオン重合法で製造されたものであり、0.5 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により決定した見かけの重量平均分子量 M_w は 1009.2 ± 6.2 、数平均分子量 M_n は 868.4 ± 6.1 、および多分散度 P は 1.162 ± 0.0024 であった。これら参考値の±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19の10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 1025.2 ± 3.0 、見かけの数平均分子量 $M_{n,uc}$ は 889.5 ± 3.0 、見かけの多分散度 P_{uc} は 1.153 ± 0.001 であった。なお、これら参考値の±に続く数値は繰返し実験の標準偏差である。

【生産担当者】

本標準物質の生産に関する技術管理者は衣笠晋一、生産責任者は衣笠晋一、そして値付け担当者は衣笠晋一および岸根加奈である。

【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。

2020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 石村 和彦

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://unit.aist.go.jp/qualmanmet/refmate/>**改訂履歴**

2013.07.22 有効期限を2015.03.31から2024.03.31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。