

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 5008-a
No. +++



ポリスチレン（多分散）
Polystyrene (Polydisperse)

本標準物質は、ISO 17034 及び ISO/IEC 17025 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を測定する装置と手法の妥当性確認に用いることができる。

【認証値】

本標準物質の質量平均モル質量 M_w 、数平均モル質量 M_n 、および多分散度 M_w/M_n 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示す。

	認証値 (g/mol)	拡張不確かさ (g/mol)
質量平均モル質量 M_w	276 000	15 000
数平均モル質量 M_n	94 600	6 400

	認証値	拡張不確かさ
多分散度 M_w/M_n	2.92	0.17

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値のうち、質量平均モル質量 M_w はトルエンを溶媒とした静的光散乱法により得られた値と多角度光散乱検出器付きサイズ排除クロマトグラフィー (SEC-MALS) により得られた値の重み付け平均として算出した。多分散度 M_w/M_n は SEC-MALS により決定した。なお、SEC-MALS の測定は異なった 2 つのカラムを用い、溶離液はテトラヒドロフラン、検出器は示差屈折率検出器を用いた。数平均モル質量 M_n は、 M_w を M_w/M_n で除して算出した。

【計量計測トレーサビリティ】

本標準物質の認証値を決定するに当たって、示差屈折率検出器からの出力を示差屈折率に変換するには、JCSS 塩化物イオン標準液と食塩水の示差屈折率表¹⁾とを用い、静的光散乱あるいは多角度光散乱検出器からの散乱光強度はトルエンの Rayleigh 比²⁾ ($1.406 \times 10^{-5} \text{ cm}^{-1}$) を用いて校正した。国際単位系 (SI) にトレーサブルである。

¹⁾ Kruis, A. *Z. Physik. Chem.* **1936**, *34*, 13. ²⁾ Kaye, W.: *McDaniel J. Appl. Opt.* **1974**, *13*, 1934-1937.

【参考値】

特性値と同時に得られた微分モル質量分布 $dw/d\text{Log}M$ を下表に参考値として示す。

LogM	$dw/d\text{Log}M$	LogM	$dw/d\text{Log}M$	LogM	$dw/d\text{Log}M$	LogM	$dw/d\text{Log}M$
6.7	2.48×10^{-4}	5.7	7.68×10^{-1}	4.7	2.19×10^{-1}	3.7	1.35×10^{-2}
6.6	-8.48×10^{-5}	5.6	9.52×10^{-1}	4.6	1.54×10^{-1}	3.6	1.11×10^{-2}
6.5	3.34×10^{-4}	5.5	1.08×10^0	4.5	1.11×10^{-1}	3.5	8.86×10^{-3}
6.4	1.81×10^{-4}	5.4	1.14×10^0	4.4	8.22×10^{-2}	3.4	7.13×10^{-3}
6.3	1.18×10^{-3}	5.3	1.10×10^0	4.3	6.13×10^{-2}	3.3	6.21×10^{-3}
6.2	6.51×10^{-3}	5.2	9.76×10^{-1}	4.2	4.52×10^{-2}	3.2	5.02×10^{-3}
6.1	3.36×10^{-2}	5.1	7.92×10^{-1}	4.1	3.42×10^{-2}	3.1	4.09×10^{-3}
6.0	1.21×10^{-1}	5.0	6.03×10^{-1}	4.0	2.66×10^{-2}	3.0	3.51×10^{-3}
5.9	3.02×10^{-1}	4.9	4.40×10^{-1}	3.9	2.09×10^{-2}	2.9	3.67×10^{-3}
5.8	5.40×10^{-1}	4.8	3.11×10^{-1}	3.8	1.68×10^{-2}		

【有効期間】

本標準物質が下記の【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1年間有効である。

【形状等】

本標準物質は、一粒が約20 mgの常温では透明なペレットで、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500瓶の試料から等間隔に7瓶を取り出し、SECクロマトグラムを測定した後、クロマトグラム間の一致因子 (Match Factor) を計算し、その分散分析を行ったところ、瓶間のばらつきが有意でなく、均質であることを確認した。

【保存に関する注意事項】

本標準物質は、密栓し5℃から35℃で遮光して保存する。

【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。均質性の観点から一回の使用量は20 mg以上とする。

【取り扱いにおける注意事項】

本標準物質は、安全データシート (SDS) を参考にして取り扱うこと。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。

【製造等】

本標準物質は工業的に製造され市販されているものであり、同一ロットの製品を購入してそのまま約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-MALSでは、本標準物質自身の校正データ³⁾、平均モル質量が20 000以下の2~3種類の単分散ポリスチレン、3種類のNMIJポリスチレン認証標準物質 (NMIJ CRM 5001-a、5002-a、および5004-a)、およびヘキシルベンゼンの示差屈折率 (RI) クロマトグラムのピーク頂点におけるモル質量値と溶出時間より校正曲線を作成し、本標準物質のRIクロマトグラムより特性値を決定した。ただし、RIクロマトグラムに対しては、示差屈折率増分 dn/dc のモル質量依存性を考慮して濃度を補正し⁴⁾、またピーク頂点でのモル質量に対しては第二ビリアル係数による濃度補正をした。本標準物質には未確認の微量の低分子量成分が含まれ、SECクロマトグラムでは最後の

溶出位置に出現するが、特性値の算出に当たってはこの成分を除外した。平均モル質量の不確かさのうち、トルエンの Rayleigh 比の不確かさからの寄与は、拡張相対不確かさとして 3.8 %であり、最も大きな不確かさ要因となっている。なお、トルエンを溶媒とした膜浸透圧測定により求めた数平均モル質量 M_n は $(86\,000 \pm 5\,300)$ g/mol (±後の数値は繰り返しの実験標準偏差) であった。

³⁾ 校正データとは、モル質量と対応する溶出時間の組のことである。⁴⁾ Itakura, M.: Sato, K.: Lusenкова, M.A.: Matsuyama, S.: Shimada, K.: Saito, T.: Kinugasa, S. *J. Appl. Polym. Sci.*, **2004**, *94*, 1101-1106.

【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、値付け担当者は衣笠晋一、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。

【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) が産総研に委託した「ナノテクノロジープログラム/ナノマテリアル・プロセス技術/ナノ計測基盤技術研究開発/ナノ計測基盤技術/ナノ計測基盤技術プロジェクト」(平成 13 (2001) ~19 (2007) 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。

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

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。

2016.02.10 【有効期限】を【有効期間】とし、有効期間を出荷日から1年間とした。