

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 5011-a
No. +++ポリエチレングリコール(23量体)
Poly(ethylene glycol) (23mer)

本標準物質は、ISO 17034 及び ISO / IEC 17025 の要求事項に適合したマネジメントシステムに基づいて生産されたポリエチレングリコール (23 量体) であり、高分子化合物の分子量測定において、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】

本標準物質に含有されるポリエチレングリコール総量に対する、重合度が 23 の重合体の質量分率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。

物質名	認証値 質量分率 (kg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (kg/kg)
ポリエチレングリコール 23量体	0.998	0.005

【認証値の決定方法】

検出感度の重合度依存性を評価した蒸発型光散乱検出器付き超臨界流体クロマトグラフ (SFC-ELSD) により測定した本標準物質のクロマトグラムに対し、各重合体について相対強度を求め、重合度 23 の重合体の質量分率を算出した。重合度 23 以外の重合体のうち、相対強度が装置の検出限界以下であったものについては、その寄与の最大値を装置の検出限界をもとに推定し、質量分率の不確かさに含めた。

【計量計測トレーサビリティ】

SFC-ELSDを用いた質量分率の決定において必要な検出感度の重合度依存性は、異なる重合度の重合体を等質量で混合した溶液に対するクロマトグラムを測定して、各重合度の相対強度を比較することによって決定した。異なる重合度の重合体を等質量で混合した溶液は、重合度6から42の単一重合体の溶液を作成し、良好な線形性を持つと確認した全有機炭素濃度 (TOC) 計を用いてそれらの質量濃度を測定したあと、各重合度の重合体が等質量となるよう混合することで調製した。秤量にはJCSS校正された天秤を用いた。

【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1年間有効である。

【物質に関する情報】

本標準物質はポリエチレングリコール 23 量体を主成分とし、常温では無色の固体で、ガラス容器に約 50 μg が封入されている。容器の蓋の素材はポリプロピレンとポリエチレンである。容器内の空気はアルゴンガスによって置換されている。

【均質性】

作製した107本の試料からランダムに5本取り出し、SFC-ELSDによる定量を行い、その結果をもとに均質性を評価した。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25℃以下の清浄な場所に遮光して保存する。1カ月以上の長期保存の場合は5℃以下での冷蔵保存を推奨する。

【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。

【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。本認証標準物質は廃掃法^注を遵守して保管や廃棄を行うこと。安全データシート（SDS）を参考にして取り扱うこと。

注）廃掃法：廃棄物の処理及び清掃に関する法律

【製造等】

本標準物質は、NMIJ CRM 5006-a ポリエチレングリコール 1000 と共通の原料（和光純薬工業株式会社製）から重合度23の重合体をSFCによって分別採取したものである。

【参考情報】

- 1) Atomic Weights of the Elements 2011に基づいて算出される本標準物質の平均分子量は、1031.2である。また、その標準不確かさは1.2である。23量体に対して、Atomic Weights of the Elements 2011による同位体比から計算される最も存在確率の高い同位体分子量は1030.61である。
- 2) 本標準物質は、23量体以外に微量の22量体を不純物として含む。
- 3) ポリエチレングリコール単一重合体を用いたパルス磁場勾配核磁気共鳴測定より、30℃の重水中における分子量 M と拡散係数 D_0 の間には下記式(1)の関係が求められている [文献: Kayori Shimada, et al., *J Chem. Phys.*, **122**, 244914 (2005)]。

$$D_0 = (6.28 \times 10^{-9} \pm 0.38 \times 10^{-9}) M^{-0.43 \pm 0.01} \quad (\text{m}^2 \text{s}^{-1}) \quad (1)$$

この実験式と30℃の重水の粘度 $\eta = 0.973 \times 10^{-3} \text{ Pa s}$ [文献: N. Matsunaga and A. Nagashima, *J. Phys. Chem. Ref. Data* **12**, 933 (1983)] により、下記式(2)で示されるStokes-Einsteinの関係から計算された粒子径 d (流体力学的半径の2倍)を表Aにまとめる。ここで、 k_B はボルツマン定数、 T は絶対温度である。

$$d = \frac{k_B T}{3\pi\eta D_0} \quad (2)$$

表A. PEG単一重合体(23量体)の30℃重水中におけるStokes-Einstein粒子径

分子量 M	拡散係数 $D_0 / \text{m}^2 \text{s}^{-1}$	Stokes-Einstein粒子径 d / nm
1031.2	3.18×10^{-10}	1.4

【生産担当者】

本標準物質の生産に関する技術管理者は桜井 博、生産責任者及び値付け担当者は高橋かよりである。

【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お問い合わせをお願いします。

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。
- 2017.05.11 【情報の入手】の記載を更新した。
- 2019.11.18 【認証値】の拡張不確かさを変更した。【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。
- 2023.03.20 【認証値】の拡張不確かさを変更した。