

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 8301-a  
No. +++バイオエタノール  
Bioethanol

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ものであり、バイオエタノール燃料および類似の試料中の下記の成分の定量において、分析の精度管理、分析方法や分析装置の妥当性確認の他、分析装置の校正に用いることができる。

## 【認証値】

本標準物質の認証値（質量分率で表した濃度）は以下の通りである。認証値の拡張不確かさは、合成標準不確かさと包含係数  $k=2$  から決められた値であり、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。

化合物	CAS番号	認証値 質量分率 (mg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (mg/kg)
水	7732-18-5	1688	28
メタノール	67-56-1	482	23

元素	認証値 質量分率 (mg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (mg/kg)
S	2.43	0.23
Cu	0.0537	0.0041

## 【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値はそれぞれ以下のように決定した。

- (1) 水の濃度は、電量滴定方式および容量滴定方式のカルフィッシャー水分計を用いて測定した。認証値は、2つの手法により得られた定量値を重み付けして平均し算出した。
- (2) メタノールの濃度は、ガスクロマトグラフ/質量分析計（イオン化：電子イオン化法、測定モード：選択イオンモニタリング、内標準物質：メタノール- $d_3$ ）および水素炎イオン化検出器付ガスクロマトグラフ（内標準物質：2,2,4-トリメチルペンタン）を用いて測定した。認証値は、2つの手法により得られた定量値を重み付けして平均し算出した。
- (3) Sの濃度は、燃焼 - 紫外蛍光法および燃焼 - イオンクロマトグラフィーにより測定した。認証値は、2つの手法により得られた定量値を重み付けして平均し算出した。
- (4) Cuの濃度は、本試料を 1 mol/L 硝酸で 10 倍希釈した後、誘導結合プラズマ質量分析法、同位体希釈-誘導結合プラズマ質量分析法および黒鉛炉原子吸光法により測定した。認証値は、3つの手法により得られた定量値を重み付けして平均し、値付け分析に用いた試料の偏りを考慮して算出した。

## 【計量計測トレーサビリティ】

- (1) 水の測定値は、JCSS 校正された天秤を使用し質量比混合法によって調製した標準液を校正に用い、複数の手法により得られたものである。標準液の原料には、当所において一次標準測定法である凝固点降下法などにより純度を評価した純水を用いており、認証値は国際単位系 (SI) にトレーサブルである。
- (2) メタノールの測定値は、JCSS 校正された天秤を使用し質量比混合法によって調製した標準液を校正に用い、

一次標準測定法である同位体希釈質量分析法を含む複数の手法により得られたものである。標準液の原料には、当所において差数法により純度を評価したメタノールを用いており、認証値はSIにトレーサブルである。

(3) S の測定値は、JCSS 校正された天秤を使用し質量比混合法によって調製した標準液を校正に用い、複数の手法により得られたものである。標準液の原料には、当所において凝固点降下法および差数法により純度を評価した高純度チオフェン、および NMIJ CRM 4217-a (燃料中硫黄分析用標準液 (高濃度)) を用いており、認証値はSIにトレーサブルである。

(4) Cu の測定値は、JCSS 校正された天秤を使用し質量比混合法によって調製した標準液を校正に用い、一次標準測定法である同位体希釈質量分析法を含む複数の手法により得られたものである。標準液の原料にはJCSS 標準液を用いており、認証値はSIにトレーサブルである。

#### 【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6ヶ月間有効である。

#### 【形状等】

本標準物質は常温では無色透明の液体で、約8.5 mLが10 mL褐色ガラスアンプルにアルゴンガス雰囲気下で封入されている。

#### 【均質性】

作成した440本から層別してランダムに選んだ10本以上のアンプルについて、各成分の濃度をそれぞれの認証方法の一つで測定し、その結果を分散分析することによって均質性を確認した。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、遮光し、15℃から30℃の範囲で清浄な場所に保存すること。

#### 【使用に関する注意事項】

試験研究用以外には使用しないこと。軽く振り混ぜ、数分間静置した後に開封し、揮発や吸湿を避けるため速やかに使用すること。本標準物質は高い吸湿性を持つため、水の濃度を測定する場合は試料採取にガスタイトシリンジなどを用いるとともに、開封から測定までの操作を乾燥ガスで置換したグローブボックス内で行うことが望ましい。ただし【参考情報】に示すように、付属のゴムキャップを使用することで、グローブボックスが利用できない場合でも吸湿を低減できる。なお、水以外の分析に用いる場合はゴムキャップからの成分の溶出を避けるため、試料採取の際にゴムキャップを使用しないこと。

#### 【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。また、消防法、労働安全衛生法等を遵守すること。安全データシート(SDS)を参考にして取り扱うこと。

#### 【製造等】

コメを原料として発酵法により生産したバイオエタノールを特定アルコールとして入手し、精製水、試薬特級メタノール、ジメチルスルフィドおよび酢酸銅(II)の酢酸酸性溶液を適量添加して本標準物質を調製した。これを混合・均質化し、約8.5 mLずつアルゴンガス雰囲気下で褐色ガラスアンプルに封入した。

#### 【参考情報】

振動式密度計により求めた本標準物質の密度は、0.7942 g/mL (15℃)、0.7900 g/mL (20℃)、および0.7857 g/mL (25℃)であった。また、本標準物質には調製時に酢酸が濃度約50 mg/kgとなるよう添加されている。室温23℃、相対湿度10%、および室温24℃、相対湿度45%の2つの条件下で本標準物質を開封した後、直ちに付属のゴムキャップをかぶせ、10分間隔でガスタイトシリンジによりキャップを通してアンプル底部より採取した試料について水の濃度測定を行ったところ、30分間で水分の増加量はそれぞれ8 mg/kg、14 mg/kgであり、認証値の不確かさ内にとどまった。

**【生産担当者】**

本標準物質の生産に関する技術管理者は加藤健次、生産責任者は沼田雅彦、値付け担当者は稲垣真輔、北牧祐子、朱彦北、成川知弘、羽成修康、谷口幸子、松尾真由美、岩澤良子、成島いずみである。

**【情報の入手】**

本標準物質に関し、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/refimate/>

**改訂履歴**

- 2014.03.19 有効期限を2015.03.31から2018.03.31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。
- 2017.01.11 【有効期限】を【有効期間】とし、有効期間を出荷日から6ヶ月間とした。