

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 8302-a
No. +++



バイオディーゼル燃料（パーム油由来）
Biodiesel Fuel (Palm Oil-Based)

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ものであり、バイオディーゼル燃料（脂肪酸メチルエステル）及び類似の試料中の下記成分の測定において、測定の精度管理、測定方法や測定装置の妥当性確認の他、測定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	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	393	25

元素	認証値 質量分率 (mg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (mg/kg)
Na	1.26	0.22
Mg	0.83	0.11
K	0.72	0.15
Ca	1.01	0.16
P	2.09	0.35
S	7.17	0.51

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、それぞれ以下の方法によって求めた。

- (1) 水の認証値は、電量滴定方式及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、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) Na の認証値は、以下の3つの方法によって得られた定量値を重み付けして平均し算出した。
 - ・誘導結合プラズマタンデム質量分析法 (ICP-MS/MS)、前処理：酸分解、定量：標準添加法
 - ・高分解能誘導結合プラズマ質量分析法 (HR-ICP-MS)、前処理：酸分解、定量：標準添加法
 - ・フレイム原子吸光分析法 (FL-AAS)、前処理：キシレン希釈、定量：絶対検量線法
- (3) Mg, K, Ca の認証値は、以下の2つの方法によって得られた定量値を重み付けして平均し算出した。
 - ・同位体希釈 (ID) -ICP-MS/MS、前処理：酸分解
 - ・ICP-MS/MS、前処理：酸分解、定量：標準添加法
- (4) P の認証値は、以下の3つの方法によって得られた定量値を重み付けして平均し算出した。
 - ・ICP-MS/MS、前処理：酸分解、定量：標準添加法
 - ・フローインジェクション-ICP-MS、前処理：キシレン希釈、定量：標準添加法
 - ・誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-OES)、前処理：キシレン希釈、定量：標準添加法
- (5) S の認証値は、以下の4つの方法によって得られた定量値を重み付けして平均し算出した。

- ・ID-ICP-MS/MS、前処理：酸分解
- ・ICP-MS/MS、前処理：酸分解、定量：標準添加法
- ・ID-ICP/MS/MS、前処理：エタノール希釈
- ・燃焼 - イオンクロマトグラフィー、定量：標準添加法

【計量計測トレーサビリティ】

- (1) 水の認証値は、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。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) Na, Mg, K, Ca 及び P の認証値は、JCSS 標準液を原料とし、JCSS 校正された天秤を使用して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などを含む複数の手法により得られており、SI にトレーサブルである。
- (3) S の認証値は、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などの複数の手法により得られた。標準液の原料には、ICP-MS/MS による測定では JCSS 標準液を、燃焼 - イオンクロマトグラフィーによる測定では当所において凝固点降下法及び差数法により純度を評価した高純度チオフェンを用いた。したがって、認証値は SI にトレーサブルである。

【国際相互承認】

本認証標準物質の認証値のうち、水、Na、Mg、K、Ca 及び P の質量分率は、メートル条約下の国際相互承認取決め (CIPM MRA) に基づいて国際的な同等性が認められている。本標準物質に関する NMJJ の校正測定能力 (CMC) は国際度量衡局 (BIPM) の基幹比較データベース (KCDB) (<https://www.bipm.org/kcdb/>) に登録されている。

【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。

【物質に関する情報】

本標準物質は、パーム油を原料としたバイオディーゼル燃料 (脂肪酸メチルエステル) である。常温では、黄色透明の液体で、約 15 mL が 20 mL の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。

【保存に関する注意事項】

本標準物質は、遮光し、15 °C から 30 °C 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、吸湿や脱水を避けるため速やかに使用すること。本標準物質は、取り扱う環境により水の濃度が変化するため、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、開封直後【参考情報】に示すように適切なシールを行うことで、吸湿ないし脱水を低減できる。

【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。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、パーム油を原料として生産されたバイオディーゼル燃料 (脂肪酸メチルエステル) に、市販のメタノール及びバイオディーゼル燃料分析用元素標準液^{注)} Custom blend multi-element Standard (Na, K, Mg, Ca: 200 µg/g, P: 400 µg/g, Na, K, Mg, Ca のアルキルベンゼン硫酸塩とアルキルりん酸エステルを含む) を適当量添加して調製した。これを混合・均質化し、約 15 mL ずつアルゴンガスで置換した褐色ガラスアンプルに封入した。

【参考情報】

室温25℃、相対湿度35%の条件下で本標準物質を開封した後、開口部に直ちにプラスチックパラフィンフィルムをかぶせ、ガスタイトシリンジによりアンプル底部より採取した試料について測定を行った。開封直後と30分後の水の濃度を比較したところ、その増加量は15 mg/kg程度であり、認証値の不確かさの範囲内にとどまった。認証時（2016年3月）に振動式密度計により求めた本標準物質の密度は、0.875 g/cm³（15℃）であった。認証時にヘッドスペースガスクロマトグラフ/質量分析計により求めたメタノールの質量分率は、564 mg/kgであった。

【生産担当者】

本標準物質の生産に関する技術管理者は沼田雅彦、生産責任者は北牧祐子、値付け担当者は沼田雅彦、北牧祐子、朱彦北、成川知弘、稲垣真輔、羽成修康、藤田佳孝、狩野祐也、中村哲枝、森井奈保子、谷口幸子、松尾真由美、岩澤良子、工藤いずみである。

【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、経済産業省の委託事業である平成25・26年度日米等エネルギー環境技術研究・標準化協力事業（日米等エネルギー環境技術研究協力）の研究成果に基づき、米国立標準技術研究所（NIST）との協力により開発された。

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/refinate/>**改訂履歴**

- | | |
|------------|--|
| 2018.05.30 | 安定性モニタリングの結果に基づき、動粘度の認証値を削除した。
【国際相互承認】の項を追加した。 |
| 2019.04.24 | 安定性モニタリングの結果に基づき、密度の認証値を削除し、認証時の測定値を参考情報に加えた。 |
| 2023.09.28 | 参考値としていたメタノールの質量分率を参考情報に変更した。 |