

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 GUIDE 34:2009およびISO/IEC 17025:2005 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、バイオディーゼル燃料（脂肪酸メチルエステル）および類似の試料中の下記の成分および物性値の測定において、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。

	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

	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	拡張不確かさ
密度, 15.000 °C (g/cm ³)	0.87504	0.00008
動粘度, 40.000 °C (mm ² /s)	4.4801	0.0098

【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ものである。

- (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、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の濃度は、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 の濃度は、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 の濃度は、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 の濃度は、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
- (6) 密度は、振動式密度計を用いて測定した。認証値は、得られた測定値の平均より算出した。
- (7) 動粘度は、細管式標準粘度計を用いて測定した。認証値は、得られた測定値の平均より算出した

【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) Na, Mg, K, Caおよび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たものであり、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ものである。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およ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。そのため、認証値は SIにトレーサブルである。
- (4) 密度の認証値は、JCSS校正された複数の密度標準液を校正に用い、振動式密度計により得られたものであり、SIにトレーサブルである。
- (5) 動粘度の認証値は、ISO/TR 3666:1998(E)に記載された蒸留水の粘度を基準に校正を行い、細管式標準粘度計により得られたものであり、国際的に合意された値に基づくものである。

【参考値】

本標準物質の参考値は以下の通りである。参考値の不確かさは、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。

	CAS 番号	参考値 質量分率 (mg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (mg/kg)
メタノール	67-56-1	564	47

メタノールの濃度は、ヘッドスペースガスクロマトグラフ/質量分析計（カラム：DB-624、内標準物質：メタノール- d_3 ）を用いた同位体希釈質量分析法で定量した。参考値の不確かさには、試料の均質性と安定性に起因する不確かさが含まれる。

【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。

【均質性】

小分けした 326 本の試料からランダムに 9 本以上取り出し、各認証項目を【認証値の決定方法】に示した方法の一つで測定し、その結果を分散分析することなど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 °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。本標準物質は高湿度環境下では吸湿、低湿度環境下では脱水をするため、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リングを行うことで、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) に従って取り扱うこと。

注) 廃掃法：廃棄物の処理及び清掃に関する法律

【製造方法等】

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、市販のメタノールおよびバイオディーゼル燃料分析用元素標準液*Custom blend multi-element Standard (Na, K, Mg, Ca: 200 µg/g and 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 °C、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ところ、30 分間で水分の増加量は 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

【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、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、米国国立標準技術研究所（NIST）との協力により開発

された。

2016年3月9日
国立研究開発法人 産業技術総合研究所
理事長 中鉢 良治

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://www.nmij.jp/service/C/>

