

# SOP 12

## 水の重量測定による分注体積の検定

### 1. 範囲と適用分野

ここでは、メスピペットや、ナドセン型ピペット、シリンジ、ピストンビュレットといった同様の器具によって分注される水の体積の検定の仕方について述べる。検定値は、標準温度(20.0°C)において分注される体積で表す。この方法では、0.01% (1 相対標準偏差) より良い再現性で検定することができる。

### 2. 原理

検定温度で器具によって分注される水の質量から、その温度で分注される水の体積を計算する。標準温度(20°C)で分注される体積は、分注器の体積膨張を考慮に入れて計算する。望みのどんな温度においても、分注される液体の体積は同様な方法で計算することができる。

### 3. 器具

- 分析用天秤。分注される水の重量を10万分の1の分解能で測定でき、水と水を入れるガラス容器を合わせて量ることができるもの、
- 適切な栓<sup>1</sup>がついたきれいで乾いたガラス容器、
- ±0.1°Cの精確さの温度計、
- タイマー。

### 4. 試薬類

- 脱イオン水。

---

<sup>1</sup> 分注してから短時間で容器と水の重さを測るなら、グリースを塗っていない摺り合せガラス栓が適切だし、スクリューキャップでもかまわない。サンプルを船上で分注したときのように、分注してから重さを測るまでにしばらく時間がかかるなら、密封する栓などは、気密かつ水密なものを選ぶことが重要である。

## 5. 手順

- 5.1 乾燥したきれいな空の容器の重さを、栓とともに測る。
- 5.2 検定するきれいなピペットまたは他の器具に、脱イオン水を満たす。ピペットと水の温度が平衡値に達するまで待つ。
- 5.3 ピペットに満たした水を、予め秤量しておいた容器に一定の時間（60 秒）排出される。
- 5.4 容器に栓をして、もう一度重さを測る。

## 6. 計算と結果の表現

### 6.1 検定温度で分注された水の体積

容器に水を入れる前と入れた後の重さの差から、分注した水の重さを計算する：

$$w(\text{H}_2\text{O}) = w(\text{水を入れた容器}) - w(\text{空の容器}) . \quad (1)$$

空気の浮力を補正して、含まれる水の質量を計算する。

$$m(\text{H}_2\text{O}) = w(\text{H}_2\text{O}) \left( \frac{1 - \rho(\text{空気})/\rho(\text{分銅})}{1 - \rho(\text{空気})/\rho(\text{サンプル})} \right) . \quad (2)$$

測定した水の温度( $t$ )における分注体積は

$$V(t) = m(\text{H}_2\text{O})/\rho(\text{H}_2\text{O}, t) . \quad (3)$$

空気が飽和した水の密度は、5°C から 40°C の温度領域では次の式で表される (Jones and Harris, 1992)

$$\begin{aligned} \rho_w / (\text{kg m}^{-3}) = & 999.84847 + 6.337563 \times 10^{-2}(t/^\circ\text{C}) \\ & - 8.523829 \times 10^{-3}(t/^\circ\text{C})^2 + 6.943248 \times 10^{-5}(t/^\circ\text{C})^3 \\ & - 3.821216 \times 10^{-7}(t/^\circ\text{C})^4 \end{aligned} \quad (4)$$

$t$  は ITS 90<sup>2</sup> の温度である。1 万分の 1 の精確さを達成するためには、 $t$  は 0.5°C の範囲内の精確さで測定しなければならない。

### 6.2 別の温度で分注される体積

ある温度( $t_1$ )で分注された体積を、標準温度または別の温度( $t_2$ )で分注される体積に換算するには、使用している分注器の熱膨張を考慮する必要がある。Pyrex のようなガラス (Corning 7740, Kimble KG-33, Shott Duran, Wheaton 220 など) では、線膨

<sup>2</sup> 国際実用温度目盛 1968 (IPTS 68) は、国際温度目盛 1990 (ITS 90) に代わった。海洋学で使う温度領域においてこれらの温度目盛を換算するには、簡単な式を使うことができる (Jones and Harris, 1992) :

$$t_{90} = 0.0002 + 0.99975 t_{68}$$

温度目盛の小さな違いは、このガイドで述べるガラス容器の検定作業において、ふつうは重要ではない。

張係数  $\alpha_l$  は、 $32.5 \times 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ 、Kimble KG-35 のようなガラスでは、およそ  $55 \times 10^{-7} \text{ K}^{-1}$  である。

体積膨張係数

$$\alpha_l = (1 + \alpha_l)^3 - 1 \approx 3\alpha_l, \quad (5)$$

が、別の温度における補正体積値の計算に使われる。

$$V(t_2) = V(t_1) [1 + \alpha_v(t_2 - t_1)]. \quad (6)$$

$t_2 - t_1$  が  $10^\circ\text{C}$  を超えなければ、この補正は、極めて精確に検定する場合を除いて無視することができる。

### 6.3 計算例

6.3.1 この計算には、以下のデータを使用した：

$$\begin{aligned} w(\text{H}_2\text{O}) &= 30.0000 \text{ g}, \\ \text{検定温度} &= 23.0^\circ\text{C}, \\ \rho(\text{H}_2\text{O}, 23.0^\circ\text{C}) &= 0.997535 \text{ g cm}^{-3}, \\ \alpha_l &= 32.5 \times 10^{-7} \text{ K}^{-1}, \\ \text{秤量の条件：} \\ \rho(\text{空気}^3) &= 0.0012 \text{ g cm}^{-3}, \\ \rho(\text{分銅}) &= 8.0 \text{ g cm}^{-3}, \end{aligned}$$

6.3.2 水の重量を質量に変換する：

$$\begin{aligned} m(\text{H}_2\text{O}) &= 30.0000 \times \frac{1 - 0.0012/8.0}{1 - 0.0012/0.997541} \\ &= 30.0316 \text{ g}. \end{aligned}$$

6.3.3 検定温度  $23.0^\circ\text{C}$  で分注された水の体積を計算する：

$$\begin{aligned} V(23.0^\circ\text{C}) &= 30.0316 / 0.997535 \\ &= 30.1058 \text{ cm}^3. \end{aligned}$$

6.3.4 標準温度  $20.0^\circ\text{C}$  で分注される体積、すなわち標準検定体積を計算する：

$$\begin{aligned} V(20.0^\circ\text{C}) &= 30.1058 [1 + 3(32.5 \times 10^{-7})(20.0 - 23.0)] \\ &= 30.105 \text{ cm}^3. \end{aligned}$$

<sup>3</sup> この値は、海面気圧 (1atm) でふつうの実験室温度 ( $\sim 20^\circ\text{C}$ ) において行われる並の精確さの測定に適した値である。より精確な値については、SOP 21 式(1)を参照のこと。

6.3.5 標準温度 25°C で分注される体積を計算する。

$$\begin{aligned} V(25.0^\circ\text{C}) &= 30.1049 [1 + 3(32.5 \times 10^{-7})(25.0 - 20.0)] \\ &= 30.106 \text{ cm}^3. \end{aligned}$$

## 7. 品質保証

分注体積が管理された状態にあることを確認するため、分注される体積を定期的に測定し、20°C に補正した体積の管理図を維持する(SOP 22 参照)。

## 8. 文献

Jones, F.E. and Harris, G.L. 1992. ITS-90 density of water formulation for volumetric standards calibration. *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.* **97**: 335–340.