

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 4601-a

No. +++

定量 NMR 用標準物質 ( $^1\text{H}$ ,  $^{19}\text{F}$ )

(3, 5-ビス(トリフルオロメチル)安息香酸)

3,5-Bis(trifluoromethyl)benzoic Acid for Quantitative NMR ( $^1\text{H}$ ,  $^{19}\text{F}$ )

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高純度 3, 5-ビス(トリフルオロメチル)安息香酸である。核磁気共鳴(NMR)法を用いた定量分析における  $^1\text{H}$  および  $^{19}\text{F}$  の信号強度の校正に用いるほか、分析方法の妥当性確認に用いることができる。

## 【認証値】

本標準物質の認証値は質量分率で表した純度で、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 (kg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (kg/kg)
3, 5-ビス(トリフルオロメチル)安息香酸	725-89-3	0.9996	0.0006

## 【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は差数法、凝固点降下法及び電量中和滴定法により求めた純度の重み付き平均から決定した値である。差数法のための不純物濃度測定には、紫外吸光光度検出器付高速液体クロマトグラフ (HPLC-UV)、水素炎イオン化検出器付ガスクロマトグラフ(GC-FID)、カールフィッシャー滴定装置 (KF) 及び熱重量分析装置 (TG) を用いた。凝固点降下法 (連続加熱法) による純度評価には示差走査熱量計(DSC)を、電量中和滴定法による純度評価には電量滴定装置を、それぞれ用いた。合成標準不確かさは、各純度評価法の測定、均質性、安定性及び 3 つの測定方法間差それぞれに起因する不確かさを合成して見積もった。

## 【計量計測トレーサビリティ】

本標準物質の認証値は差数法と一次標準測定法である凝固点降下法及び電量中和滴定法を用いて決定した。差数法による純度評価では、有機不純物の定量分析に NMIJ において純度評価した試薬を用いて質量比混合法により調製した標準液で校正した HPLC-UV 及び GC-FID を、水分の分析に妥当性の確認された電量滴定式の KF を、強熱残分の分析に JCSS 校正された分銅により質量を校正した TG を、それぞれ用いた。凝固点降下法による純度評価では、NIST SRM 2225 (水銀) 及び NIST SRM 2232 (インジウム) により温度と熱量を校正した DSC を用いた。電量中和滴定による純度評価では、電圧、抵抗、時間が JCSS 校正された電量滴定装置を用いた。以上のことから、認証値は、国際単位系(SI)にトレーサブルである。

## 【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。

**【形状等】**

本標準物質は、常温では白色粉末で、200 mg が褐色ガラスバイアルに封入され、アルミニウムラミネート袋に密封されている。

**【均質性】**

調製した 200 本のバイアルから層別ランダムに 10 本を取り出して HPLC-UV 及び GC-FID で不純物濃度を算出し、その分散分析からバイアル間のばらつきを推定した。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 25 °C で清浄なデシケーターに保存する。

**【使用に関する注意事項】**

均質性の観点から 5 mg 以上での使用を推奨する。試験研究用以外には使用しないこと。生体での試験には用いないこと。開封後はデシケーターに保管し、すみやかに使用すること。

本標準物質中の重水素の存在量を考慮した場合も、認証値を <sup>1</sup>H の信号強度の校正に用いることができる。また、3,5-ビス(トリフルオロメチル)安息香酸の分子量には 258.1165 ± 0.0031 (IUPAC 2011) を用いること。

**【取り扱いに関する注意事項】**

保護マスクや保護手袋等を着用すること。安全データシート (SDS) を参考にして取り扱うこと。

**【製造方法等】**

本標準物質は、高純度 3,5-ビス(トリフルオロメチル)安息香酸を和光純薬工業株式会社において再結晶による精製および小分けを行って、乾燥空気雰囲気下で褐色ガラスバイアルに封入し、さらにアルミニウムラミネート袋に密封したものである。

**【参考情報】**

<sup>1</sup>H NMR で一般的に用いられる重水素化溶媒に対する本標準物質の溶解性及び NMR スペクトルの化学シフトを以下に示す。下記の溶解性は温度や溶液中に共存する他の物質によって変動すると考えられる。また、化学シフト値も同様に温度と共存物質の影響を受けることが知られているため、本標準物質と近接したシグナルを持つ測定対象物質の定量に用いる際には確認が必要である。

溶媒	溶解度(mg/mL) (25 °C)	化学シフト(ppm)	
		<sup>1</sup> H NMR (δ: 0 ppm(TMS), 25 °C)	<sup>19</sup> F NMR (δ: -164 ppm(C <sub>6</sub> F <sub>6</sub> ), 25 °C)
ジメチルスルホキシド- <i>d</i> <sub>6</sub>	20 以上	8.42(1H), 8.44(2H)	- 62.8
メタノール- <i>d</i> <sub>4</sub>	20 以上	8.21(1H), 8.51(2H)	- 66.0
アセトニトリル- <i>d</i> <sub>3</sub>	20 以上	8.23(1H), 8.49(2H)	- 64.0
クロロホルム- <i>d</i>	0.5	8.12(1H), 8.54(2H)	- 60.8
ジクロロメタン- <i>d</i> <sub>2</sub>	1	8.15(1H), 8.55(2H)	- 62.1
アセトン- <i>d</i> <sub>6</sub>	20 以上	8.34(1H), 8.55(2H)	- 64.2
0.1M NaOD/D <sub>2</sub> O	10	7.97(1H), 8.14(2H)	- 62.9

本標準物質の D<sub>2</sub>O、ベンゼン-*d*<sub>6</sub>、トルエン-*d*<sub>8</sub> への溶解度は 0.5 mg/mL 未満であった。表中の TMS はテトラメチルシランの略。

**【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、生産責任者は山崎太一、値付け担当者は山崎太一、羽成修康、朝海敏昭、谷口幸子、岩澤良子、中村哲枝である。

**【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。

**【付記】**

本標準物質に用いた分析法の一部は、一般財団法人化学物質評価研究機構における平成25年度CERI公募型研究助成の研究成果に基づき開発された。

**【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。

2015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 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/>

**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。

2015.10.13 【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。