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 4602-a
No. +++

定量NMR用標準物質（^{1}H, ^{19}F）

(1,4-ビス(トリメチルシリル)-2,3,5,6-テトラフルオロベンゼン)

1,4-Bis(trimethylsilyl)-2,3,5,6-tetrafluorobenzene for Quantitative NMR (^{1}H, ^{19}F)

見本

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高純度1,4-ビス(トリメチルシリル)-2,3,5,6-テトラフルオロベンゼンである。核磁気共鳴（NMR）分光法を用いた定量分析における^{1}Hおよび^{19}Fのシグナル面積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 (kg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (kg/kg)
1, 4−ビス（トリメチルシリル）−2, 3, 5, 6−テトラフルオロベンゼン	16956-91-5	0.9998	0.0003

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、差数法および凝固点降下法により求めた純度の重み付き平均から決定した。差数法による純度評価では、不純物濃度測定に紫外吸光光度検出器付高速液体クロマトグラフ装置（HPLC-UV）、水素炎イオン化検出器付ガスクロマトグラフ装置（GC-FID）、カールフィッシャー滴定装置（KF）を用いた。凝固点降下法による純度評価では、断熱型熱量計を用いた。合成標準不確かさは、各純度評価法、均質性、安定性および2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および一次標準測定法である凝固点降下法を用いて決定した。差数法による純度評価では、水分の測定には水分分析用標準液（NMIJ CRM 4222-a）で値の検証を行ったKFを用いた。凝固点降下法による純度評価では、温度、加熱時間、標準抵抗および電圧が校正された断熱型熱量計を用いた。したがって、本標準物質の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。

【物質に関する情報】

本標準物質は、常温では白色粉末の1,4-ビス(トリメチルシリル)-2,3,5,6-テトラフルオロベンゼンであり、100 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。

【保存に関する注意事項】
本標準物質は、遮光し、2 ℃から10 ℃の清浄な場所に保存すること。

【使用に関する注意事項】
均質性の観点から2 mg以上使用すること。試験研究用以外には使用しないこと。常温に戻してから開封し、わずかに揮発性があるためにすみやかに使用すること。
1,4-ビス(トリメチルシリル)-2,3,5,6-テトラフルオロベンゼンのモル質量には(294.434 ± 0.007) g/mol (k = 2) (IUPAC 2016)を用いることができる。また、本標準物質は溶液中で不安定化することがあるため、実際の測定系において定量値の経時変化を確認するなど、測定試料溶液中の安定性を評価したうえで使用することを推奨する。

【取り扱いにおける注意事項】
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。

【製造等】
本標準物質の原料は、国立研究開発法人産業技術総合研究所触媒化学融合研究センターヘテロ原子化学チームで合成された高純度 1,4-ビス(トリメチルシリル)-2,3,5,6-テトラフルオロベンゼンを、和光純薬工業株式会社において再結晶および昇華精製したものである。この原料を和光純薬工業株式会社において小分けを行って、乾燥アルゴン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。

【参考情報】
本標準物質における^{1}H NMRで一般的に用いられる重水素化溶媒に対する溶解度及びNMRスペクトルの化学シフトを以下に示す。下記の溶解度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を共存させる際には確認が必要である。なお、本標準物質のD_2Oへの溶解度は0.5 mg/mL未満であった。また、本標準物質の密度は25 ℃で1.25 g/cm^{3}であった。

溶媒	溶解度(mg/mL) (25 ℃)	化学シフト(ppm)	
		^{1}H NMR (δ:0 ppm (TMS), 25 ℃)	^{19}F NMR (δ:–164 ppm (C_6F_6), 25 ℃)
ジメチルスルホキシド-d_6	5	0.35	–128.6
メタノール-d_4	≧ 20	0.38	–130.4
アセトニトリル-d_3	≧ 20	0.40	–130.0
クロロホルム-d	≧ 20	0.38	–128.8
ジクロロメタン-d_2	≧ 20	0.39	–129.4
アセトン-d_6	≧ 20	0.40	–129.8
トルエン-d_8	≧ 20	0.30	–128.4
テトラヒドロフラン-d_8	≧ 20	0.39	–129.5
ベンゼン-d_6	≧ 20	0.24	–128.4

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、生産責任者は山﨑太一、値付け担当者は山﨑太一、清水由隆、北牧祐子、中村哲枝、鮑新努である。

見本

【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。

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/refmate/

見本