

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 4603-a
No. +++定量NMR用標準物質 (^1H)

フタル酸水素カリウム

Potassium Hydrogen Phthalate for Quantitative NMR (^1H)

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フタル酸水素カリウムであり、核磁気共鳴 (NMR) 分光法を用いた定量分析における ^1H 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】

本標準物質の純度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)
フタル酸水素カリウム	877-24-7	0.9998	0.0003

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、差数法による純度及び電量滴定法に基づく純度の相加平均から決定した。差数法による純度は、有機不純物の濃度測定には紫外可視吸光度検出器付高速液体クロマトグラフ (HPLC-UV)、残留溶媒の濃度測定には NMR、水分測定には電量滴定方式のカールフィッシャー水分計 (KF)、金属成分測定には誘導結合プラズマ発光分光分析装置 (ICP-OES) を用いた。電量滴定法に基づく純度は、酸としての純度、硫酸塩重量分析法によるカリウムの質量分率及びイオンクロマトグラフィーによる微量成分の分析結果を加味して決定した。合成標準不確かさは、各純度評価法及びその方法間差、均質性、安定性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、差数法及び一次標準測定法である電量滴定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 4228-a) で値の検証を行った KF を、微量金属成分の分析には NMIJ CRM 3600 シリーズの元素標準液から質量比混合法で調製した標準液で校正した ICP-OES を用いた。電量滴定法による純度評価では、電流、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フタル酸水素カリウムで、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。

【保存に関する注意事項】

本標準物質は、遮光し、15℃から35℃かつ相対湿度60%以下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5mg以上使用すること。試験研究用以外には使用しないこと。

フタル酸水素カリウムのモル質量には(204.2206±0.0034) g/mol ($k=2$) (IUPAC 2013) を用いることができる。

【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】

本標準物質は、関東化学株式会社から購入したフタル酸水素カリウムを富士フィルム和光純薬株式会社において小分けし、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ものである。

【参考情報】

$^1\text{H NMR}$ 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、本標準物質のアセトニトリル- d_3 、テトラヒドロフラン- d_8 、ピリジン- d_5 、クロロホルム- d 、ジクロロメタン- d_2 、アセトン- d_6 、ベンゼン- d_6 、トルエン- d_8 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1.64 g/cm³であった。

溶媒	溶解度 (mg/mL) (25 °C)	化学シフト (ppm)
		$^1\text{H NMR}$ (δ :0 ppm (TMS), 25 °C)
ジメチルスルホキシド- d_6	10	7.49, 8.16
重水	≥ 20	7.58, 7.73
0.1 mol/L NaOD/D ₂ O	≥ 20	7.40, 7.47
酢酸- d_4	≥ 20	7.78, 7.99
メタノール- d_4	1	7.57, 8.20

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

【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。

2022年2月24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/>