

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 4604-a
No. +++定量 NMR 用標準物質 (^1H , ^{31}P)

フェニルホスホン酸

Phenylphosphonic Acid for Quantitative NMR (^1H , ^{31}P)

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ェニルホスホン酸であり、核磁気共鳴 (NMR) 分光法を用いた定量分析における ^1H 及び ^{31}P 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)
フェニルホスホン酸	1571-33-1	0.9983	0.0015

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、差数法、中和滴定法及び ^1H 定量 NMR により求めた純度の重み付き平均によって求めた。差数法による純度評価には、不純物の濃度評価に紫外吸光光度検出器付高速液体クロマトグラフ (HPLC-UV)、ヘッドスペース-ガスクロマトグラフ質量分析計 (HS-GC/MS)、カールフィッシャー滴定装置 (KF) 及び熱重量測定装置 (TG) を用いた。中和滴定法による純度評価には、電位差自動滴定装置を用いた。 ^1H 定量 NMR による純度評価には、 ^1H 共鳴周波数 600 MHz の核磁気共鳴装置を用いた。合成標準不確かさは、各純度評価法、3 つの方法間差、均質性及び安定性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、中和滴定法及び ^1H 定量 NMR により求めた。差数法による純度評価において、水分の分析には NMIJ CRM 4222-e (水分分析用標準液 (0.1 mg/g)) を用いて妥当性を確認した電量滴定式の KF を、強熱残分の分析には JCSS 校正された分銅を用いて質量校正した TG をそれぞれ用いた。中和滴定法による純度評価においては、NMIJ CRM 3001-c (フタル酸水素カリウム) により滴定液の濃度を校正した中和滴定を用いた。 ^1H 定量 NMR による純度評価においては、NMIJ CRM 4603-a (定量 NMR 用標準物質(^1H) フタル酸水素カリウム) を基準物質に用いた。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ェニルホスホン酸で、約 200mg 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、2°Cから 10 °Cの冷蔵庫に遮光して保管すること。

【使用に関する注意事項】

均質性の観点から、最小使用量は 5 mg 以上とする。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すること。開封後は冷蔵庫内で保管すること。また、フェニルホスホン酸のモル質量には、(158.093±0.006)g/mol ($k=2$) (IUPAC 2022)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、高純度フェニルホスホン酸を富士フィルム和光純薬株式会社において再結晶による精製及び小分けを行い、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】

¹H NMR で一般的に用いられるいくつかの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。なお、本標準物質のクロロホルム-*d*、ジクロロメタン-*d*₂、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。

溶媒	溶解度 (mg/mL) (25 °C)	化学シフト(ppm)	
		¹ H NMR (δ: 0 ppm(TMS), 25 °C)	³¹ P NMR (δ: 0 ppm(H ₃ PO ₄), 25 °C)
ジメチルスルホキシド- <i>d</i> ₆	20 以上	7.45(2H), 7.50(1H), 7.67(2H)	13.1
メタノール- <i>d</i> ₄	20 以上	7.48(2H), 7.56(1H), 7.81(2H)	15.2
アセトニトリル- <i>d</i> ₃	2	7.48(2H), 7.58(1H), 7.75(2H)	17.4
テトラヒドロフラン- <i>d</i> ₈	20 以上	7.39(2H), 7.46(1H), 7.77(2H)	14.9
ピリジン- <i>d</i> ₅	20 以上	7.43(3H), 8.42(2H)	10.2
重水	20 以上	7.54(2H), 7.60(1H), 7.78(2H)	15.1
0.1 mol/L NaOD/D ₂ O	10	7.40(3H), 7.71(2H)	11.2
0.1 mol/L DCl/D ₂ O	20 以上	7.53(2H), 7.62(1H), 7.77(2H)	17.3
酢酸- <i>d</i> ₄	20 以上	7.49(2H), 7.58(1H), 7.86(2H)	18.4
アセトン- <i>d</i> ₆	20 以上	7.48(2H), 7.57(1H), 7.80(2H)	16.1

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、黒江美穂、岡本千奈、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。

【付記】

本標準物質は、富士フイルム和光純薬株式会社との共同研究の成果に基づき開発された。

2025年2月21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、ホームページ：<https://unit.aist.go.jp/qualmanmet/refimate/>