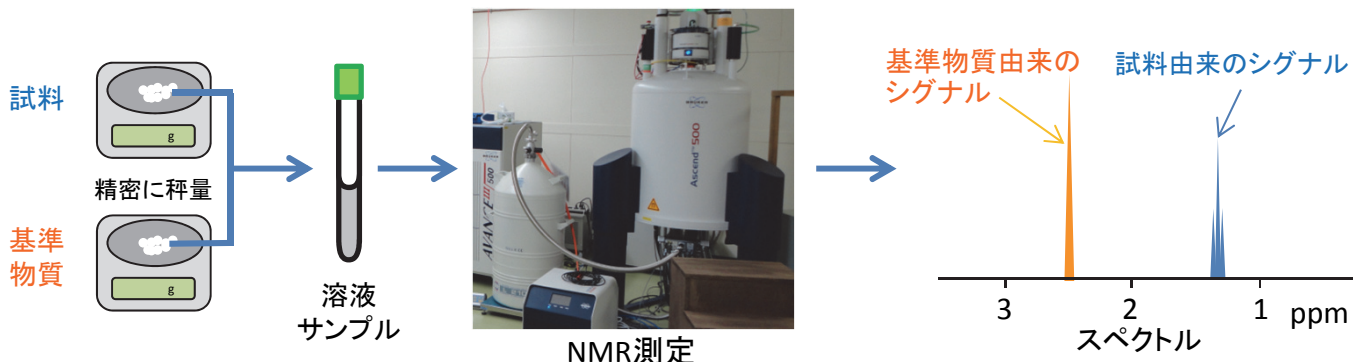


NMRによる純度、含量の評価（定量NMR）

NMRを用いた定量分析法により、試料の純度や成分の含量を定量することができる。定量NMRでは、目的成分と同一成分の標準物質（濃度既知サンプル）が不要であり、任意の濃度トレーサブルな物質を基準物質として使用することにより、さまざまな試料の絶対定量が可能である。

内標準法

試料と（純度が保証された）基準物質を精密に秤量、溶液にしてNMR測定を行い、スペクトルを取得する。



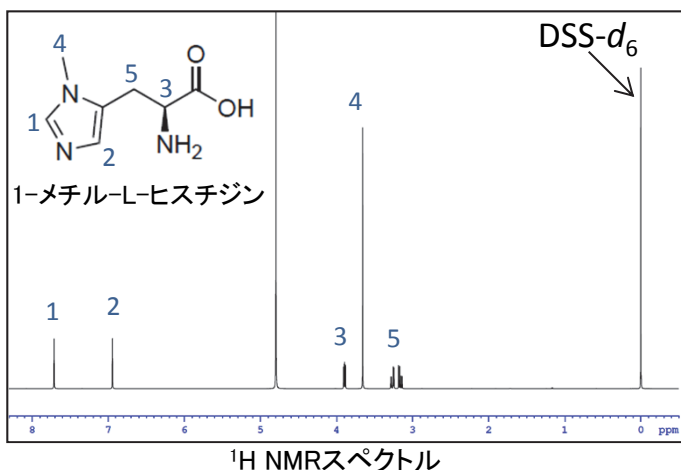
NMRスペクトルのシグナル面積について以下の関係が成り立つので、試料の純度・含量が算出できる。

$$\frac{\text{基準物質のシグナル面積}}{\text{シグナルの水素原子数}} \times \text{試料のモル濃度} = \frac{\text{試料由来のシグナル面積}}{\text{シグナルの水素原子数}} \times \text{基準物質のモル濃度}$$

特徴

定量NMR	GC、HPLC
混合物は苦手	分離分析のため、混合物も可能
感度が低い	感度が高い
有機化合物は、ほぼ全て観測可能	検出器の種類によっては、観測不可
同一成分の標準物質不要	同一成分の標準物質が必要

測定例 基準物質DSS-d₆を用いた1-メチル-L-ヒスチジン（認証純度：90.0%）の定量分析



調製法：1-メチル-L-ヒスチジン約10 mg、DSS-d₆約4 mgを精密に秤量し、重水1 mLで溶解(n=3)
 測定機器：AVANCE III HD 500
¹³Cデカップリング：あり
 積算回数：8回



項目	結果
平均純度(n=3)	89.7%
真度	99.7%
精度(RSD)	0.3%