

## ▶ NMR を用いた当社測定サービスの紹介

### ▶▶1 定量 NMR 法による有機化合物の絶対量測定

1. 定量 NMR (qNMR) は、国際単位系 (SI) でのトレーサビリティが確保された基準物質を用いて信頼性の高い純度値を測定する方法です。最小必要試料量は 1 mg で、クロマトグラフィーによる定量分析とは異なり、分析対象と同一成分の基準物質は不要であることが定量 NMR の最大の特徴です。そのため、定量 NMR は日本薬局方、食品添加物公定書や試薬メーカーにおける試薬の純度の値付けにおいて採用される等、近年急速に普及してきています。

定量 NMR がその有用性を発揮するケースを 2 例紹介します。1 つ目は、同時に 1 つの分析法 (検出法) で検出できない夾雑物が含まれている場合です。例えば水分や無機塩は、UV 検出器では検出できません。

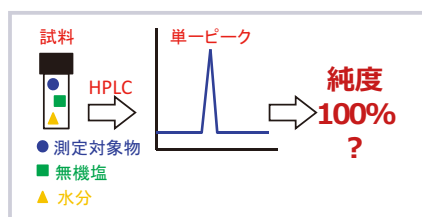


図1 UVで検出されない不純物がある場合

クロマトグラフィーにおいて、単一ピークしか検出されなかった場合には、誤って純度 100% とする恐れがあります (図 1)。2 つ目は、同一成分の標準品の調製が困難な場合です。例えば天然物から単離・精製する化合物の場合、標準品の調製が困難なため、クロマトグラフィーでは正確な定量ができない場合があります。

このようなケースにおいては定量 NMR が有用です。当社が提供する定量 NMR の測定では、測定条件設定に加え、測定法のバリデーション試験も実施しております。1,4-BTMSB- $d_4$  を基準物質としてマグノロール (図 2) を測定した例を図 3 に示します。このように、基準物質や溶媒と重ならない試料のシグナルを測定対象としています。

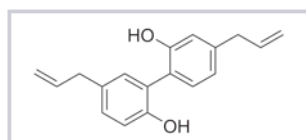


図2 マグノロールの構造式

2. 「新有効成分含有医薬品のうち原薬のガイドライン Q3A)」では、1 日最大投与量が 2 g 以下の原薬に対して、0.10% 以上 (原薬 1.0 g 中に 1.0 mg 以上) 含まれる不純物の構造決定が必要とされています。このような微量の不純物の構造解析では、分析に必要な量の確保のための分取・精製に時間を要します。

当社は、高感度測定が可能なクライオプローブローブ搭載の NMR を用いた測定サービスを提供しております。分取・精製の時間が削減でき、微量の試料にも対応可能です。お客様にご満足いただけるサービスをスピーディーに提供します。

測定試料量 <sup>13</sup> C NMR, HMBIC, etc.	ノーマルプローブ測定 30 mg	クライオプローブ測定 0.5 mg
分取に必要な最低試料 (原薬等) 量	約 30 g	約 0.5 g
単離・精製	長時間	短時間

図4 クライオプローブの有用性 (構造決定が必要な閾値: 0.1% (=1 mg/g) を取得する場合)

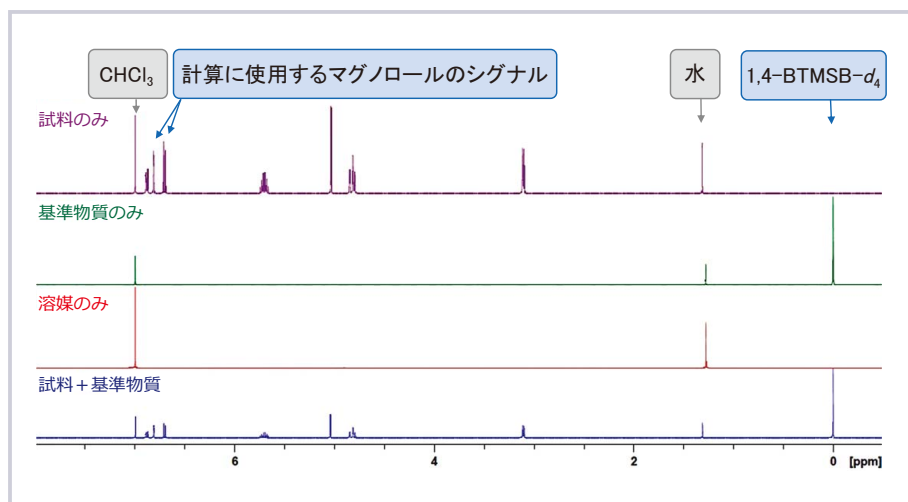


図3 定量NMRの測定法バリデーション例 (特異性)



図5 クライオプローブ搭載NMR

### 分析サービス・製品に関するお問合せ

Web <http://www.scas.co.jp/inquiry/>  
 ■ お問合せフォーム ■ 依頼票ダウンロード

☎ 電話 03-5689-1219

☎ FAX 03-5689-1222

✉ メール [marketing@scas.co.jp](mailto:marketing@scas.co.jp)

### 企業情報

Web <http://www.scas.co.jp/company>  
 ■ 所在地案内 ■ グループ会社案内 など

### SCASNEWS誌に関するお問合せ

✉ メール [scasnews@scas.co.jp](mailto:scasnews@scas.co.jp)

☎ 06-6202-1807 ☎ 06-6202-0116

### SCAS NEWS 2016-II (通巻44号)

発行 2016.8.26

発行者 株式会社住化分析センター

〒541-0043 大阪市中央区高麗橋4-6-14 住化不動産横堀ビル

編集担当 技術室

**SCAS** Sumika Chemical  
Analysis Service

はインシュタインの疑問符です。彼のあくなき好奇心と探求心こそが、宇宙真理発見の原動力だったのかも知れません。

[無断転載禁止]