

28AB-am288S

^{13}C -qNMR に関する基礎検討

○市川 裕司^{1,2}, 石附 京子², 西崎 雄三², 大槻 崇², 多田 敦子², 兎川 忠靖¹, 末松 孝子³, 杉本 直樹², 佐藤 恭子² (¹明治薬大, ²国立衛研, ³日本電子)

【目的】 ^1H -quantitative NMR (^1H -qNMR) は、その高い定量精度が注目され主に有機化合物の純度決定に応用されている。しかし、 ^1H -qNMR は類似化合物の混合物の場合、個々のシグナルが重なるため、それぞれの成分の定量分析には適していない。この問題を解決する目的で、 ^1H 核以外の核種として ^{13}C 核を用いた ^{13}C -qNMR の手法を検討した。

【方法】 純度が証明されている dimethyl sulfone (DMSO₂) 及び diethyl phthalate (DEP) を精確に秤量し acetone-*d*₆ を加えたものを qNMR 試料とし ^{13}C -qNMR の測定条件を検討した。次に、mol 比 1 : 2 に調製したルチン及びケルセチンの混液を用い、 ^{13}C -qNMR により得られる定量値のばらつきを評価した。なお、qNMR 測定には ECZ600 (CH UltraCOOL probe) を用い、得られた FID 信号のフーリエ変換及びデータ解析には、解析ソフト Alice for qNMR 2.0 を用いた。

【結果・考察】 通常の ^{13}C -NMR 測定で得られるシグナルは核オーバーハウザー効果 (NOE) やパルス繰り返し時間が短いこと等から定量性に乏しい。そこで、DEP/DMSO₂ 混液を試料として qNMR 測定条件を検討した結果、測定対象物質と内標準物質の T1、データポイント数等を考慮することで定量性を確保できることが確認された。また、モデル試料としてルチン及びケルセチンの混液について ^{13}C -qNMR 測定を行った結果、類似化合物の混合物であってもそれぞれの化合物が定量可能であった。 ^{13}C -qNMR は、 ^1H -qNMR と比較して感度が低いことやデータポイント数が少ないため S/N 比 300 で約 5 % のばらつきが生じるが、混合物中の測定対象物質を単離せずに定量できるため、有用な手法の一つとなり得ると考えられた。