

定量 NMR 法における共同測定のご案内 (2015)

産業技術総合研究所 定量 NMR クラブ事務局

【概要】

ここ数年で NMR を利用した定量分析 (定量 NMR) 法が普及してきたが、その測定精度や信頼性の検証は少ないのが現状である。昨年度、本クラブにおいて、あらかじめ調製された NMR 試料を配布し、その測定およびデータ解析、並びに同じデータを解析した結果を比較する共同測定を行ったところ、測定や解析における条件設定の課題がいくつか確認され、フォローアップセミナーでこれらの条件を最適化するための手順を紹介した。今回は、前回の共同測定と同じ分析試料、標準物質及び溶媒の組み合わせであるジメチルスルホン (DMSO₂)、3,5-ビストリフルオロメチル安息香酸 (3,5-BTFMBA、NMIJ CRM 4601-a) 及びメタノール-*d*₄ を用いて、試料調製から解析までの一連の作業から得られる DMSO₂ の純度評価の結果を比較する共同測定を提案する。

【目的】

定量 NMR クラブでは、共同測定を通して得られる定量 NMR 法による測定結果を詳細に評価することにより、ばらつきやかたよりの要因を明らかにし、定量 NMR 法の信頼性向上を図ることを目的としている。また、得られた評価結果を論文として公表することで定量 NMR 法の更なる普及にも繋げていきたいと考えている。

参加機関においては、自身の測定結果を客観的に確認できるばかりでなく、フォローアップセミナーを通して定量 NMR の問題点を把握し、技能向上に役立てることができると期待している。また、今回も前回と同じロットの測定試料であることから、前回の共同測定に参加された機関においては、前回のフォローアップセミナーで共有した測定条件や解析条件を活用することによる効果を確認して戴きたい。

【参加条件等】

- ・ 定量 NMR クラブ員であること

(登録は無料です <http://www.nmij.jp/~nmijclub/regist.php>)

- ・ データ公表 (機関名は非公開) を了承できること
- ・ 共同測定用試料の受け取りが可能であること
- ・ プロトコルに示された標準物質および溶媒を購入可能なこと
- ・ 期日までに結果報告の意思があること
- ・ フォローアップセミナーに参加する意思があること

共同測定への参加は無料ですが、一部の試薬購入は実費負担となります。

【共同測定プロトコル】

共同測定は以下のプロトコルに従い実施し、事務局より別途送付予定のフォーマットに従って各条件を記入すること。そのため、測定実施前に、報告に必要な情報等を確認し、実験を開始すること。

試料：

- ・分析試料：DMSO₂×2 本
- ・標準物質：3,5-BTFMBA (NMIJ CRM 4601-a)
- ・溶媒：メタノール-*d*₄

試料調製：

- ・内標準法*を用いた試料調製を実施し、**独立に 3 試料調製**
 - ・試料調製条件は参加機関で最適化
- *分析試料と標準物質を含む溶液の NMR 測定を行い、分析試料中の分析対象成分と標準物質中の定量用基準物質それぞれの信号面積値から、定量用基準物質に対する分析対象成分の相対的な量を評価する方法

NMR 測定：

- ・1 試料に対して、**独立に 3 回測定を行う** (3 試料×3 測定)
：測定ごとに、**試料管をマグネットからイジェクトする操作を行う**
- ・調製に使用したメタノール-*d*₄ 溶媒のブランク測定を試料と同じ条件で実施
- ・測定条件は参加機関で最適化

データ解析：

- ・3,5-BTFMBA を基準に DMSO₂ の純度を算出
- ・解析条件は参加機関で最適化

<重要：試料等について>

- ✓ 分析試料は、前回の共同測定で利用したものと同一ロットの試料を和光純薬工業から配布
- ✓ 標準物質及び溶媒は、参加者が購入
- ✓ 標準物質は、今回の共同測定のために、未開封品を利用することを推奨
- ✓ 溶媒はブランク測定を行った上で、分析対象成分及び定量用基準物質の信号に影響するような不純物が無いことを確認したうえで選定することを推奨

【報告内容】

- ✓ DMSO₂ の純度 (9 データ)
 - ✓ FID ファイル (9 データ+ブランク測定 1 データ)
 - ✓ 試料調製条件、測定条件および解析条件
- (報告用の統一フォーマットは事務局より別途送付)

【参考】

下記に ^1H NMR スペクトルの例を示す。

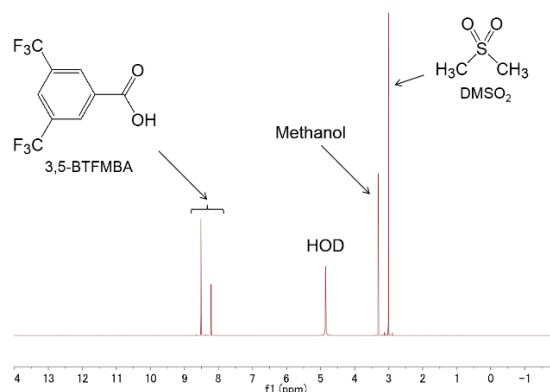


図 共同測定試料の ^1H NMR スペクトル

【結果の公表】

共同測定で得られた結果は、定量 NMR クラブ会合で機関名等を非公開にして公表し、定量 NMR により得られる結果の信頼性や精度について議論するデータとして利用させていただきます。

【フォローアップセミナー】

本共同測定の参加機関（参加者個人ではない） に対して、定量 NMR 法による精確な値を得るためにどのような試料調製条件・測定条件・解析条件が適切であるかについて、フォローアップセミナーを実施予定（2016年2月頃）です。なお、フォローアップセミナーへの参加は、共同測定参加機関のみとさせていただきます。

【データの取り扱い】

- ・個人情報・企業情報は本共同測定内でのみ使用し、他の用途には用いません。
- ・提出された測定データは、定量 NMR クラブ会合や論文等に使用させていただきます。この際に参加機関の名称は非公開とします。

【スケジュール】

2015年6月	プロトコルの公表
2015年6月8日	参加申し込み 開始
2015年6月26日	参加申し込み 締切
2015年8月（予定）	試料等の送付
2015年10月（予定）	報告書提出 締切
2015年12月（予定）	結果公表（定量 NMR クラブ第4回会合）
2016年2月（予定）	フォローアップセミナー

【協力機関】

- ・ JEOL RESONANCE : データの再解析
- ・ 和光純薬工業 : 試料送付

【補足】

- ・ 40 機関程度の参加数を見込んでいるために、参加申込を受理した順に受付予定です。
- ・ 1 事業所で複数機関として参加を希望する場合には、各機関の代表者にご連絡を差し上げる場合があります。可能な限り対応予定ですが、希望された全機関が参加できない場合がありますのでご了承ください。
- ・ 締切日までの申し込みが困難な場合は、締切日までに申込書提出が困難な理由を添えて、定量 NMR クラブ共同測定 (qnmrclub_collaborativestudy-ml@aist.go.jp) までご連絡ください。(例：機関内で承認手続き中のため、等)