

NMIJにおける 高純度有機標準物質の開発

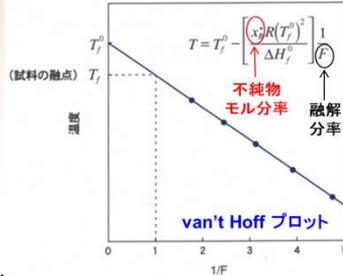
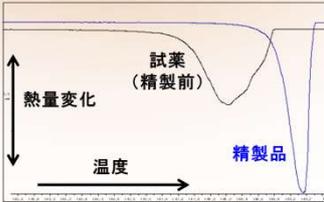
凝固点降下法

凝固点降下度から不純物の総量を定量的に測定し、純度を決定する方法。



・凝固点降下度：
不純物のモル分率に比例
(ラウールの法則)

測定例(連続加熱法)

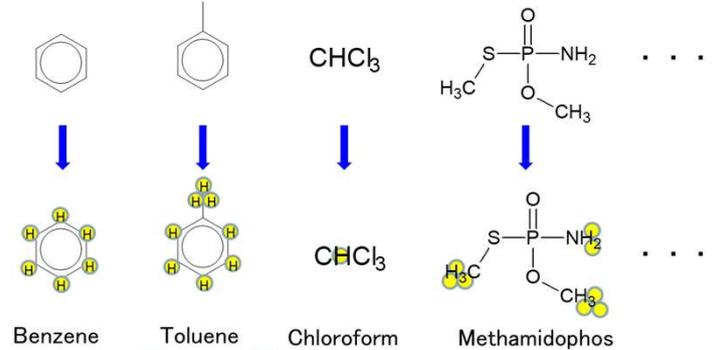


特徴：
○一次標準測定法
△対象物質に限られる
△不純物と固溶体を形成する物質、
結晶化しない物質等には適用できない
△物質質量分率から質量分率への変換
が必要
〔クロマトグラフィー等による不純物
評価が必須〕



定量NMR法

目的成分中の特定の原子核に起因するシグナル強度から
その物質量を測定し、純度を決定する方法。



Hydrogen
(Proton)

特徴：
○主成分の直接定量
○簡便な操作
○広い対象物質
△低感度
△重水素化溶媒を要する
△シグナル重複の可能性



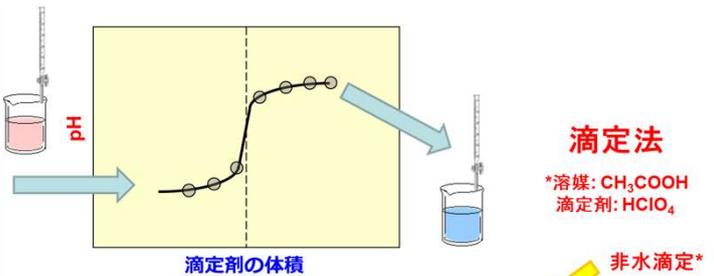
高純度有機物質



固体 / 液体

滴定法

目的成分との化学反応で消費された濃度既知の
滴定剤の体積から目的成分の物質量を測定し、
純度を決定する方法。



滴定法

*溶媒: CH₃COOH
滴定剤: HClO₄

非水滴定*

総アミン類
類縁不純物 ← HPLC-FL

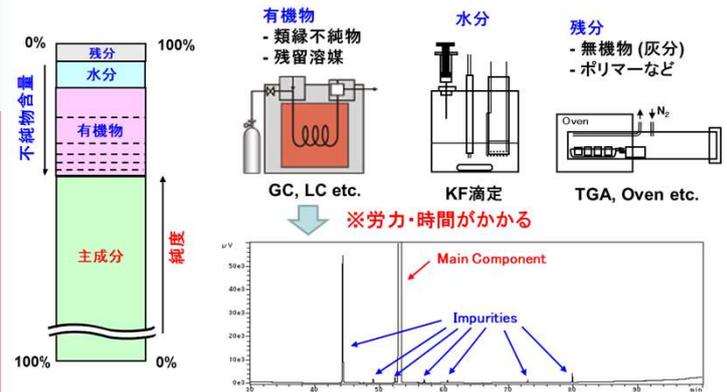
主成分
(アミノ酸純度)

特徴：
○一次標準測定法
○分析の手数が(バイアス要因)減少
△適用可能な化合物(群)が限定
(-COOH, -NH₂, -SO₃Hなど)
△類縁不純物の定量は必須



差数法

すべての不純物を1(100%)から差し引くことで
純度を決定する方法。



特徴：
○汎用的
△多数の不純物を同定・定量する必要(労力・時間を要する)



物質の性質に合わせて最適な測定法を組み合わせることによって、**精確な純度評価を行っています**