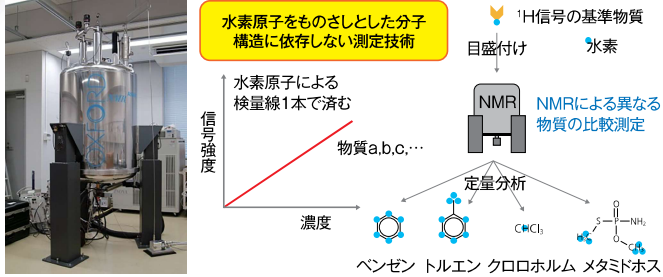


有機標準物質の迅速供給に向けた 一対多型の校正技術

定量核磁気共鳴分光法 (qNMR)

NMIJが世界に先駆けて定量技術を開発!

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



【純度算出式】

$$P_s = \frac{A_a N_s M_a m_s}{A_s N_a M_s m_a} P_s$$

測定値 秤量値

主に2つのパラメータが精度を決定!

A: 信号強度(面積値)
N: 核の数
M: モル質量
m: 質量
P: 基準物質の純度

s: 基準標準
a: 対象物質

基準物質と対象物質の信号強度(ピーク面積)を比較することで定量が可能

基準物質との比較で直接定量分析が可能

迅速に純度(濃度)が評価出来る測定法として世界中で注目されている

特徴:

- 主成分の直接定量(おもに純度評価)が可能
- 操作が簡便
- 広い対象物質
- △感度・分離能が十分ではないときがある

qNMR/クロマトグラフィー

qNMR	クロマトグラフィー
<p>■利点</p> <p>成分ごとの標準物質が不要 純度が付与された基準物質をもとに異なる物質に値付け可能</p> <p>■欠点</p> <p>多成分同時分析が困難 成分が混合されている標準液の濃度評価は困難</p>	<p>■利点</p> <p>多成分同時分析が可能 標準液中の複数成分を一度に分離分析可能</p> <p>■欠点</p> <p>成分ごとの標準物質が必要 成分ごとの検量線作成(装置校正)が必要</p>

それぞれの手法の利点を組み合わせることによって、有機混合標準液に直接、精確な値付けを行う技術を確立。

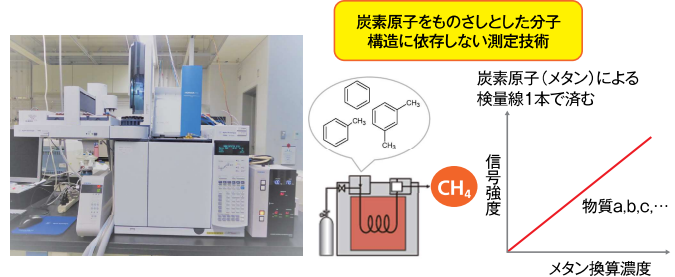
特徴:

- 異なる分子が多成分含まれる有機混合標準液の直接定量(濃度)が可能
- 広い対象物質(揮発性や分離能を考慮してGCまたはLCを選択)

ポストカラム反応ガスクロマトグラフィー (ポストカラム反応GC)

NMIJと装置メーカーによる共同開発!

カラムから溶出する各成分中の炭素をメタンに変換し濃度を決定する方法



酸化触媒 還元触媒

$$C_nH_mO_c \xrightarrow{\text{酸化触媒}} aCO_2 \xrightarrow{\text{還元触媒}} aCH_4$$

反応装置

酸化触媒 還元触媒

分離カラム

空気 水素

CH₄ 検出器

ガスクロマトグラフ

【濃度算出式】

$$C_a = \frac{A_a N_s M_a m_s}{A_s N_a N_s M_s m_a} C_s$$

測定値

基準物質との比較で直接同時定量分析が可能

C: 濃度

特徴:

- 異なる分子が多成分含まれる有機混合標準液の直接定量(濃度)が可能
- 操作が簡便
- 感度/分離能が高いため、多成分分析/微量分析への応用へ期待
- △対象成分が限定されている(炭素、水素、酸素、窒素を含む化合物に限る)

ポストカラム反応GCを用いた具体例: かび臭物質

かび臭物質(水質基準項目の物質)

Geosmin C₁₂H₂₂O

2-MIB C₁₁H₂₀O

基準物質(SITレーサブル)

Naphthalene C₁₀H₈

Diethyl phthalate C₁₂H₁₄O₄

既存の基準物質(標準物質)を用いて値付け

ガスクロマトグラフィーに導入した測定対象成分はすべてメタンに変換されるため、成分ごとに検量線を作成する必要がない。

Component	Preparation value (mg L ⁻¹)	Measured value (mg L ⁻¹)	Deviation %	E _r
2-MIB	101.6 ± 1.0	101.8 ± 1.2	0.17	0.11
Geosmin	99.8 ± 1.0	99.9 ± 1.2	0.13	0.09

Kitamaki et al., *Accred Qual Assur.*, 23, (2018) 297-302.

2018年度より校正サービス(JCSS供給)開始
かび臭物質2種混合標準液

対象成分毎の標準物質の整備を不要とする一対多型の高効率なトレーサビリティ体系への移行



社会ニーズにあわせた迅速供給の実現へ!



■ お問い合わせ先

計量標準総合センター

<https://unit.aist.go.jp/nmij/others/inquiry/>

NMIJ
計量標準総合センター

産総研