

第1回 ようこそ！ちょっと知りたい定量 NMR

定量 NMR は NMR (核磁気共鳴装置) による定量分析のことです。

qNMR (Quantitative NMR) とも呼ばれています。一般的な定量分析といえば、クロマトグラフ法を思い浮かびます。NMR は原理的に定量性があるのですが、クロマトグラフィに比較すると、「大きい・コストが高い・感度低い・何か難しそう」というイメージ・・・のようです。

しかし NMR による定量分析は原理的観点から、定量分析の信頼性を向上するカギとして近年様々な分野で注目を浴びています。例えば日本薬局方には定量用標準品の値付け方法として qNMR が採用されています。これは分析指標成分のクロマトグラフ分析による結果の信頼性を向上させます。標準品の純度確保できていますか？

<NMR でできること>

NMR は原子核を直接はかることができ、様々な情報が得られます。定量分析で多く利用されているのは分子の中の水素核 (^1H :プロトン) を測定した ^1H -NMR です。エタノールとメタノールの ^1H -NMR スペクトルを比較してみてください。NMR ではおよそ官能基ごとに信号が分離してでます。検出された信号は形や位置が違います！また更に、信号強度はプロトンの数に比例します。なので、NMR スペクトルからは測定した化合物を「見分けること」、「はかること」つまり定性と定量分析ができます。

お酒の ^1H -NMR 測定を行ってみました。お酒の主成分は水ですが、スペクトルを見るとエタノールが見られます。そこに、ちょっとメタノールを加えてみました。メタノールはエタノールと信号が検出される位置が違うので、メタノールを加えると、「あ・・・何か入っている」すぐにわかります。そして、エタノールとメタノールの CH_3 基の積分値を比較すると、エタノールとメタノールの比率がわかります。

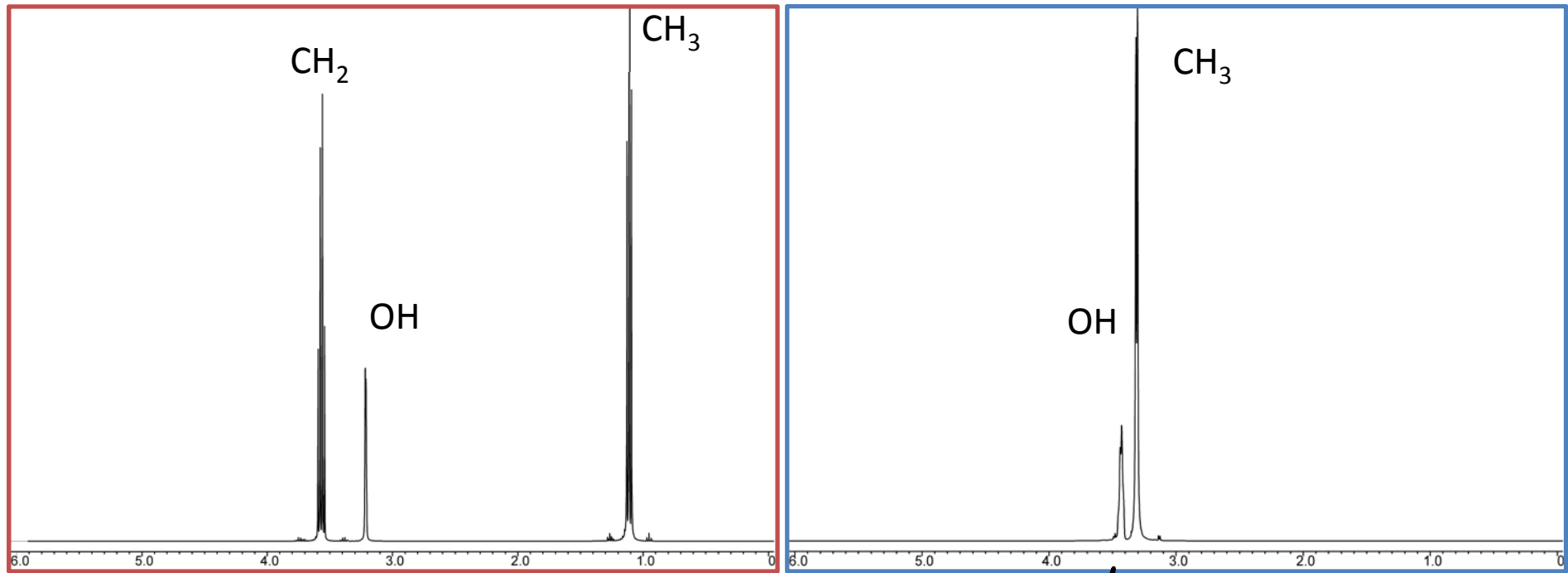
以上のように NMR では分子内及び分子間の定量情報が得られます。

～NMRでわかること1～ 見分ける

1H-NMRスペクトル・・・分子を構成する水素原子核(プロトン)を測定したスペクトル

エタノール($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$)

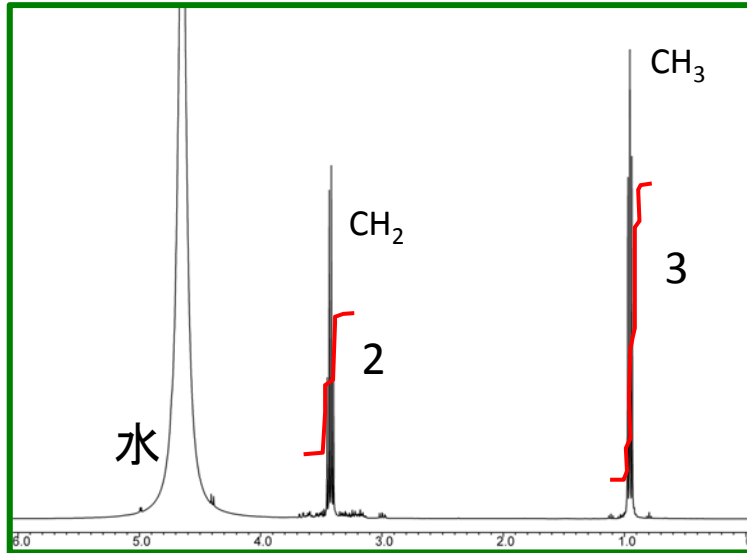
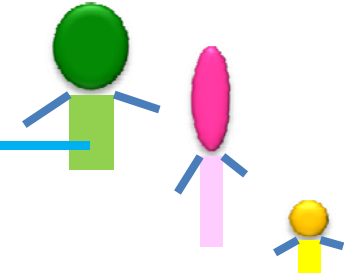
メタノール(CH_3OH)



信号の数・位置・形が違います

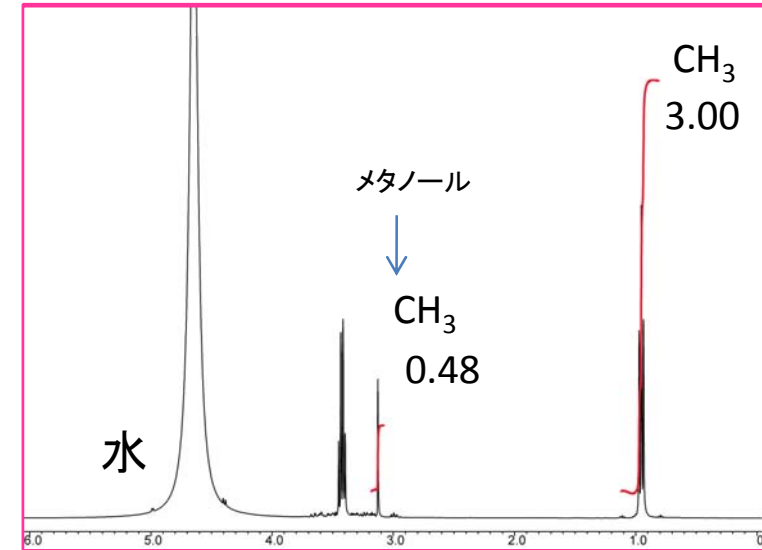


～NMRでわかること2～ はかる



お酒のNMRスペクトル
(製品表示アルコール15～16%)
水とエタノールが主成分

メタノールを
混入させた



お酒にメタノールを混入させたNMRスペクトル

水素の数と積分値は比例関係

$$\frac{S_i}{S_j} = \frac{N_i}{N_j}$$

S: 積分値
N: 官能基の水素数



積分値の比率から

$$3.00 / 0.48 \doteq 6 / 1$$

つまり、エタノールとメタノールは約6:1の比率で
入っていることがわかる。