

試験報告書

依頼者 株式会社 F U R O U

一般財団法人

日本食品分析センター

東京都渋谷区元代々木町52番1号



検 体 NMN(造粒品) Lot. No. F20230602

表 題 純度

2023 年 06 月 06 日当センターに提出された上記検体について試験した結果をご報告いたします。

純度

1 依頼者

株式会社 F U R O U

2 検 体

NMN(造粒品) Lot. No. F20230602

3 試験概要

定量NMR法(内標準法)により, 検体の純度を求めた。

4 試験結果

1) 定性

検体の水素核一次元核磁気共鳴スペクトル(以下, 「¹H NMR」という。)を図-1に示した。検体の¹H NMRは, β-ニコチンアミドモノヌクレオチド(以下, 「NMN」という。)標準品の¹H NMR(図-2)とほぼ一致し, α-ニコチンアミドモノヌクレオチド(以下, 「α-NMN」という。)に由来するシグナル(図-3)を認めなかった(検出下限: 0.1 %)。

2) 定量

図-1を解析して定量に適したシグナル(①~④)を設定し(図-4), それぞれのシグナルから検体を定量した(表-1)。定量試験は2併行で実施し, 得られた全定量値を平均して純度とした(表-2)。

表-1 検体の定量値

| シグナル | 試験回数 | 定量値(%) |
|------|------|--------|
| ① | 1回目 | 99.80 |
| | 2回目 | 99.68 |
| ② | 1回目 | 99.93 |
| | 2回目 | 99.98 |
| ③ | 1回目 | 99.95 |
| | 2回目 | 100.06 |
| ④ | 1回目 | 99.92 |
| | 2回目 | 99.71 |

表-2 検体の純度

| 検体 | 純度 (%) |
|-----------------------------|--------|
| NMN(造粒品) Lot. No. F20230602 | 99.9 |

5 試験方法

1) 試験溶液の調製

検体30~31 mg及び定量NMR用認証標準物質DSS- d_6 (内標準)約1 mgをそれぞれ精密に量りとり、重水約0.75 mLに溶解したものを試験溶液とした。表-3の条件により、試験溶液の ^1H NMRを測定した。

 表-3 ^1H NMR の測定条件

| 項目 | 設定値 | 項目 | 設定値 |
|--------|-------------------------------------|--------|-------------|
| 装置 | Varian NMR System 500[Varian, Inc.] | 共鳴周波数 | 水素核 500 MHz |
| 観測中心 | δ 5.5 ppm | 観測幅 | 40 ppm |
| 取り込み時間 | 4.0 秒 | 待ち時間 | 30 秒 |
| パルス角 | 90 ° | 測定温度 | 25 °C |
| 積算回数 | 8 回 | ダミーキャン | 2 回 |
| デカップル核 | 炭素核 | スピニング | なし |

2) 計算

以下の式から、検体の定量値を算出した。

検体の定量値 (%) =

$$\frac{\text{面積強度比 (検体)}}{\text{面積強度比 (内標準)}} \times \frac{\text{プロトン数 (内標準)}}{\text{プロトン数 (検体)}} \times \frac{\text{分子量 (検体)}}{\text{分子量 (内標準)}} \times \frac{\text{採取量 (内標準)}}{\text{採取量 (検体)}} \times \text{純度 (内標準)}$$

面積強度比：検体もしくは内標準に由来する各シグナルの面積強度比

プロトン数：各シグナルの水素数(表-4)

分子量：検体；334.218(分子式を $\text{C}_{11}\text{H}_{15}\text{N}_2\text{O}_8\text{P}$ として計算)，内標準；224.360

採取量：ウルトラマイクロ天秤を用いて0.1 μg の桁まで秤量

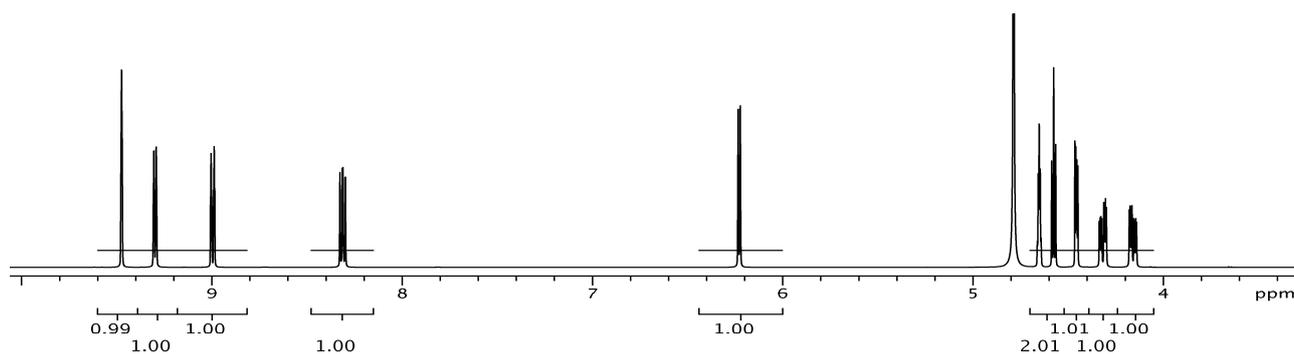
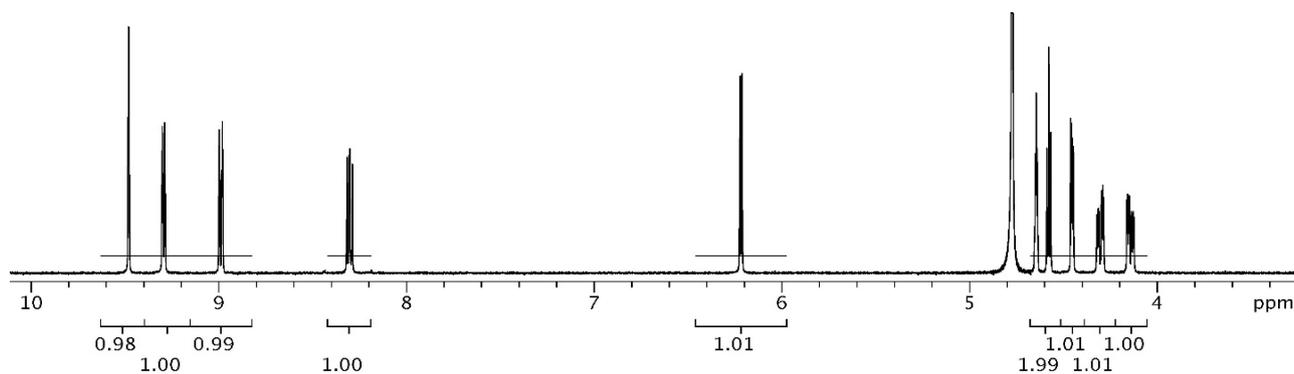
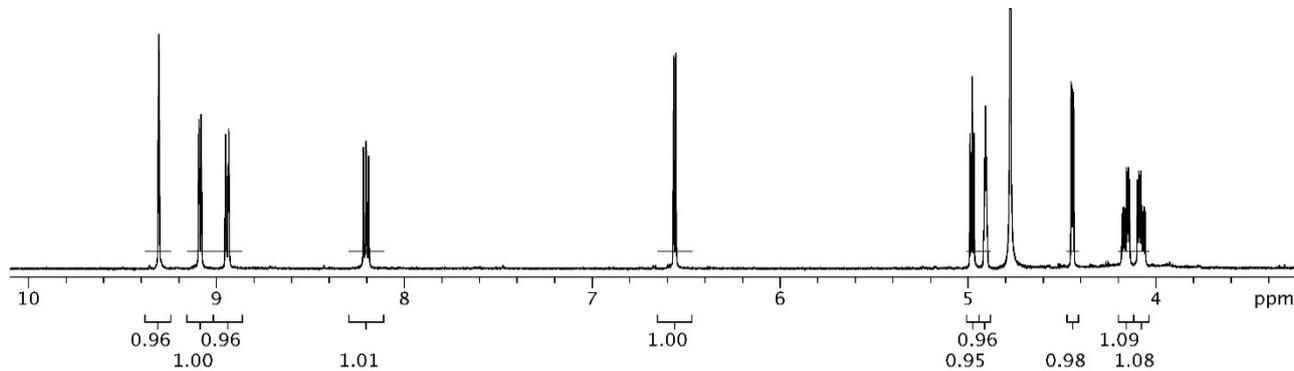
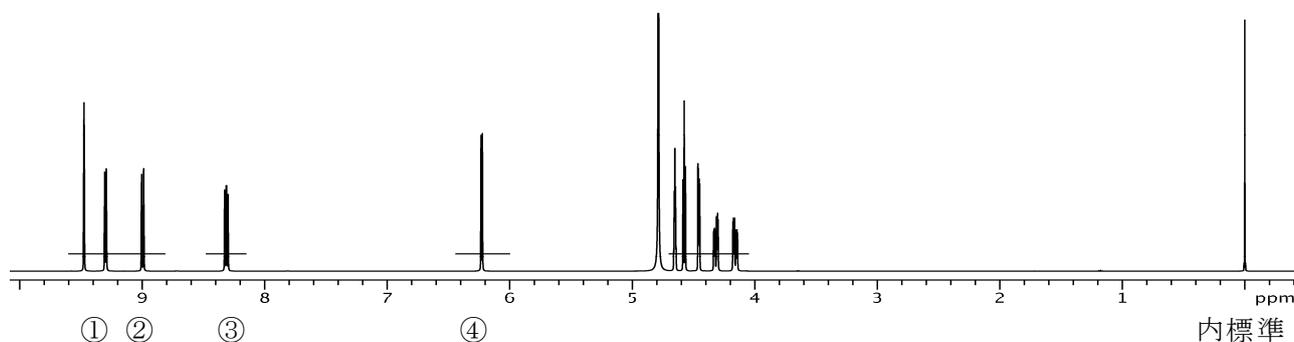
純度(内標準)：92.3%(認証値を引用)

表-4 プロトン数

| シグナル | 内標準 | ① | ② | ③ | ④ |
|-------|-----|---|---|---|---|
| プロトン数 | 9 | 2 | 1 | 1 | 1 |

6 参考文献

- ・ 経済産業省 基準認証研究開発事業. 1対多型校正技術の研究開発 平成21年度報告書, 2010.


 図-1 検体の¹H NMRの一例(定性)

 図-2 NMN標準品の¹H NMR(定量NMR法による純度：98.1 %±0.1 %)

 図-3 α-NMN標準品の¹H NMR

 図-4 検体の¹H NMRの一例(定量)

以 上