

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

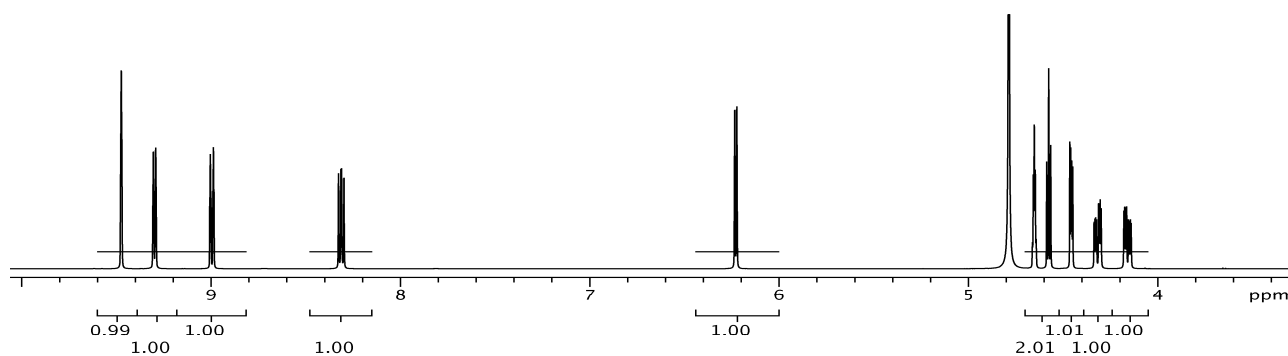
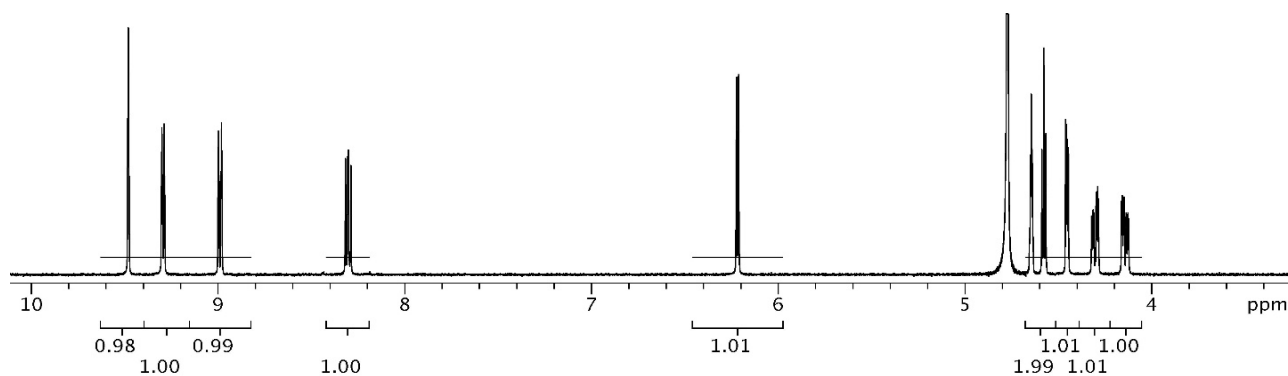
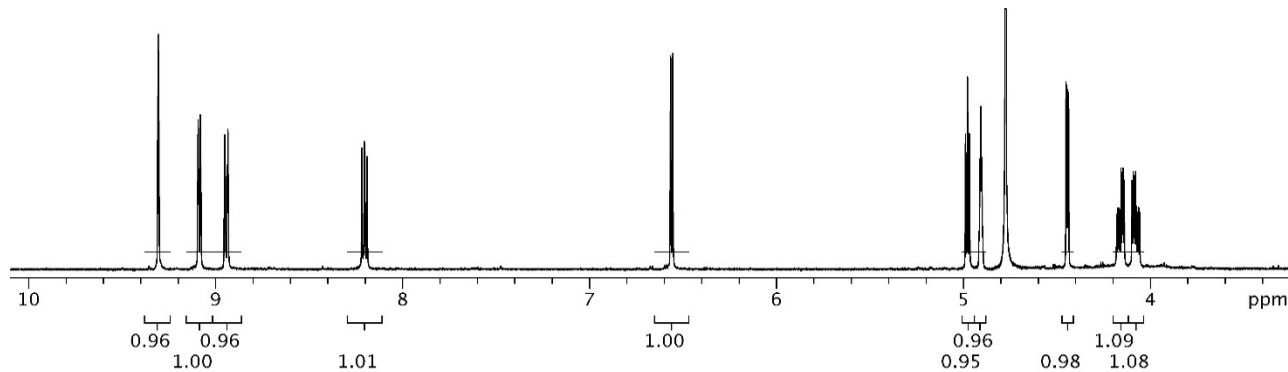
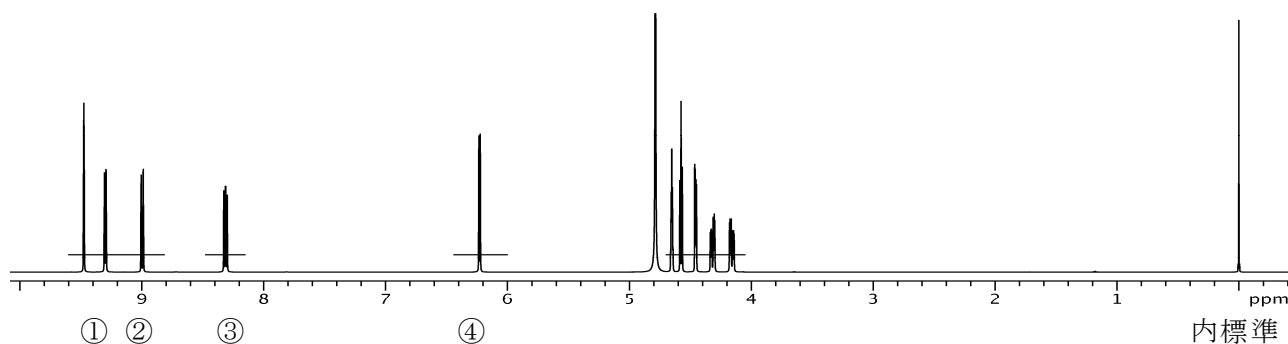
純度(内標準)：92.3%(認証値を引用)

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