

単結晶 X 線回折法を用いた結晶構造の解明

大阪ラボラトリー 北川 智昭

1 はじめに

物質の分子レベルでの構造情報は、その物質の特性の解明や新規物質の開発など、様々な分野の研究・開発や品質管理において大変有用な情報を与えます。

物質の構造決定には、NMR、質量分析など種々の測定法が用いられていますが、なかでもX線回折法は、短波長・高エネルギーの電磁波であるX線の回折から、物質の原子配列情報などを非破壊で取得することができます。また、あらゆる材料（金属、触媒、錯体、ガラス、鉱物、医薬品、半導体、生体関連化合物等）への適用が可能です。本稿では、そのX線回折法の1手法である、単結晶を用いた結晶構造解析法について紹介します。

2 単結晶X線構造解析法とは

単結晶とは、結晶内の全ての部分において、原子配列の向きが同一であるものをいいます。単結晶にX線を照射すると、図1のような各結晶面による回折点の集まりとして特徴的な回折パターンが得られ、これを解析することで、次のような情報を得ることができます。



図1 アセチルサリチル酸のX線回折パターン

<取得情報および活用例>

◆構造情報（構造異性体、光学活性体の絶対配置、結晶中の水・溶媒・塩の状態）、◆分子内相互作用、◆分子間相互作用、◆構造相転移、◆粉末X線回折パターンの理論計算

3 単結晶X線構造解析事例

医薬品開発において、有効成分の結晶形は、安定性や溶解性などの固体物性に大きく影響することから、製剤設計における基本データとして重要な情報となります。従って、結晶形毎の結晶構造を把握することは、結晶形毎の物性情報を理解する手掛かりとなり、その後の開発のスピード向上や開発中止のリスク低減につながります。

血糖降下剤であるトルブタミドの解析事例を示します。トルブタミドは、溶媒からの再結晶やスプレードライ等の製法により多くの結晶相があることが報告されています。本手法を用いることで、それぞれの結晶相での結晶構造の決定、水素結合などの分子間相互作用を確認することができました（図2、株式会社リガク様の許諾を得て掲載）。

4 おわりに

単結晶X線回折法は、良質な単結晶が得られれば、様々な物質の分子内・分子間相互作用を含む結晶構造の詳細な情報を、高い信頼性のある情報として得ることができます。

当社では、本手法をはじめ、種々の構造解析手法を幅広く活用することで、お客様の研究・開発の一助となるサービスを提供しております。

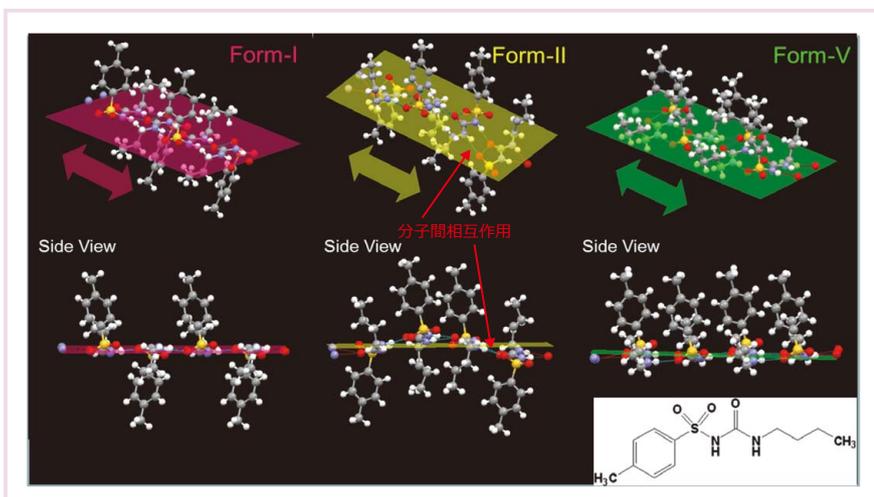


図2 トルブタミドの各種結晶相における結晶構造と分子間相互作用



北川 智昭
(きたがわ ともあき)
大阪ラボラトリー