

有機化合物の分取・構造解析

TN488

Separation and Structural Analysis of Organic Compounds

[概要]

医薬品、医療機器材料、電子機器部品などの開発・製造プロセスにおいて、原材料や製品の適正な管理や安全性評価が必要となります。これらの評価においては、試料中の成分把握が肝要です。

試料中の成分把握、特に構造解析においては、LCが成分の分取手法の一つです。しかし、対象成分が微量な場合や不安定な場合など、LC分取だけでは構造解析に至らない場合も多々あります。

当社は総合分析会社として、長年蓄積してきた幅広い物性に対する経験とデータベースから、試料に応じた最適な分取手法を選択し、迅速に確度の高い構造解析結果をご提供いたします。

以下に、当社の分取手法の例と多成分混合系試料中の未知微量成分の分取、構造解析事例を紹介いたします。

[手法]

分取手法の例です。これらを組み合わせ、構造解析に必要な試料量を短時間で精製いたします。



Fig. 1 分取手法

Fig. 2 装置例

[実績例]

分野	医薬品、農薬、食品添加物、化成品、有機 EL 材料など ※医薬規制（信頼性基準、GMP など）対応可
解決される課題	含有量が少ない、試料の溶解性が低い、夾雑成分と分離しない、 移動相に不揮発性塩を含んでいる、安定性が悪いなど

[関連情報]

- ① 『LC-SPE-NMRによる複合系微量有機物の構造解析』 SCAS NEWS 2017-II号 (Vol. 46)
https://www.scas.co.jp/scas-news/sn-back-issues/pdf/46/SCASNEWS2017-2_web_p9-12.pdf
- ② 『LC-FTMSを用いた精密質量分析による未知化合物の構造解析』 Technical News (TN478)
<https://www.scas.co.jp/technical-informations/technical-news/pdf/tn478.pdf>

[微量成分の構造解析事例]

多成分混合系試料中未知微量成分の分取、構造解析事例をご紹介します。

この試料には、

- ・溶解性が低いためLC導入量を増やせない
- ・分離条件のLC移動相不揮発性の塩を含むため、質量分析に供せない

という課題がありました。そこで、

① 粗分取工程（液液分配）にて主成分を除去して

溶解性改善および微量成分の濃縮（Fig. 3）

② その濃縮液をLC-SPE-HRMS/NMR※によって分取、濃縮、脱塩から測定まで実施

することで、目的成分の構造解析に成功しました、(Fig. 4, 5, 6)

※オンラインシステムのため、熱や光に不安定な化合物の分解リスクを抑える際にも有用です。

このように、お客様でお困りの構造解析の問題点に対して、様々な分取、測定手法を組み合わせることで、信頼性の高い構造解析結果を短期期でご提供いたします。

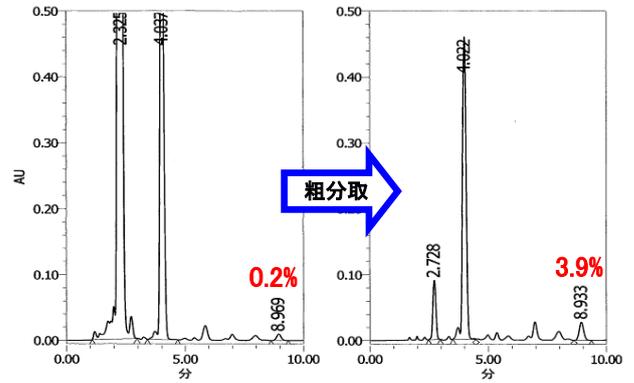


Fig. 3 粗分取による濃縮

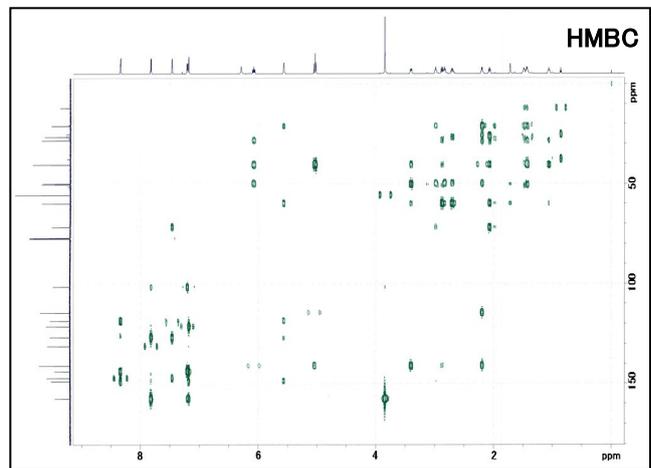
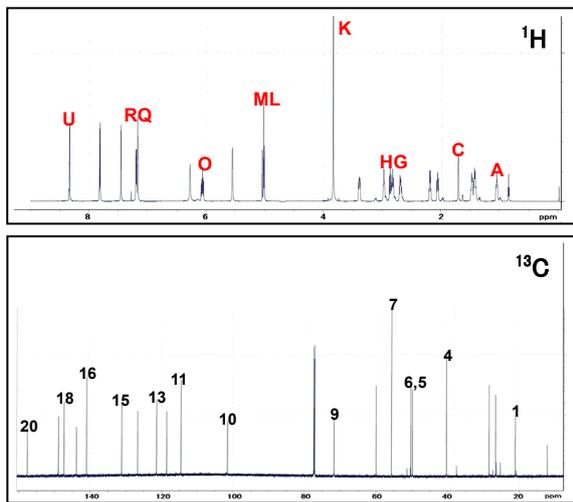


Fig. 4 NMR スペクトル(左上: ^1H , 左下: ^{13}C , 右: HMBC)

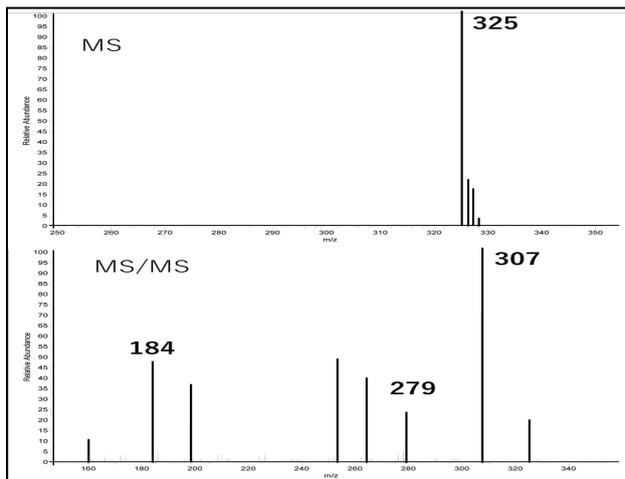


Fig. 5 マスペクトル

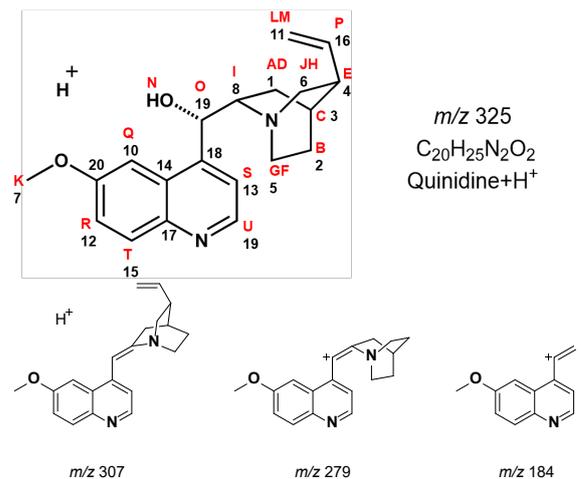


Fig. 6 推定構造と推定フラグメントパターン

必要な試料量は、分取・構造解析の対象成分の絶対量や安定性、夾雑物の影響によって異なりますので、まずはお問い合わせください。

[キーワード] 不純物、構造決定、単離