SCAS Sumika Chemical Analysis Service
株式会社 住化分析センター

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。

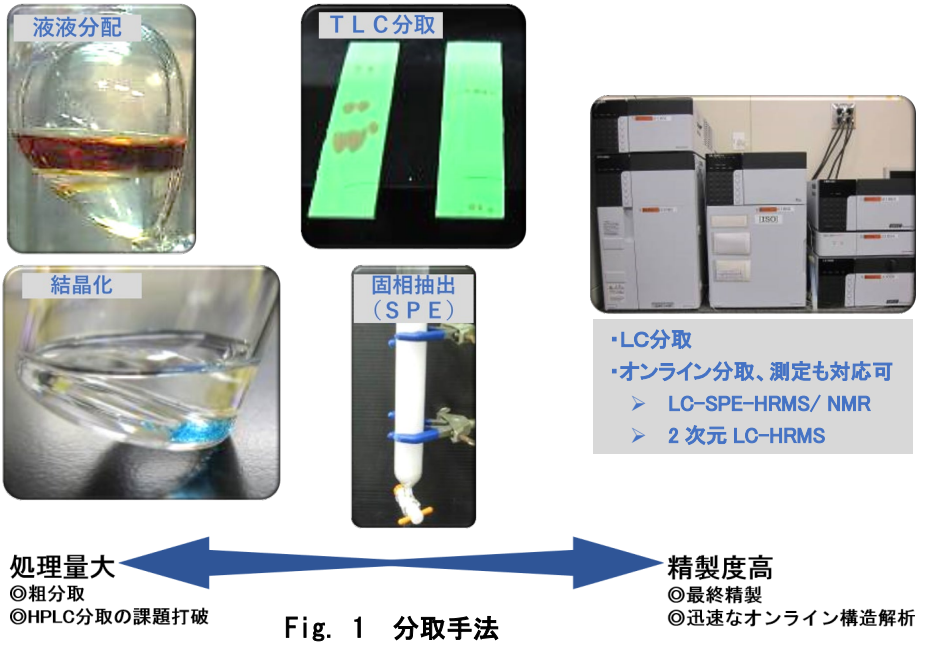

Fig. 1　分取手法

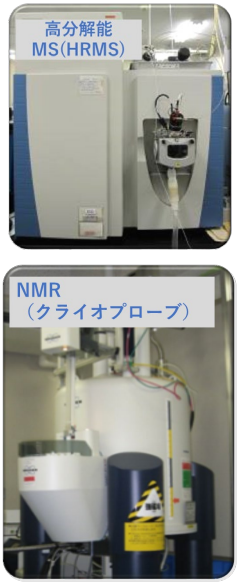

Fig. 2　装置例

[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/technical-topics/scas-news/sn-back-issues/naihva0000002bmc-att/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-topics/technical-news/qkuajm0000001dre-att/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納期でご提供いたします。

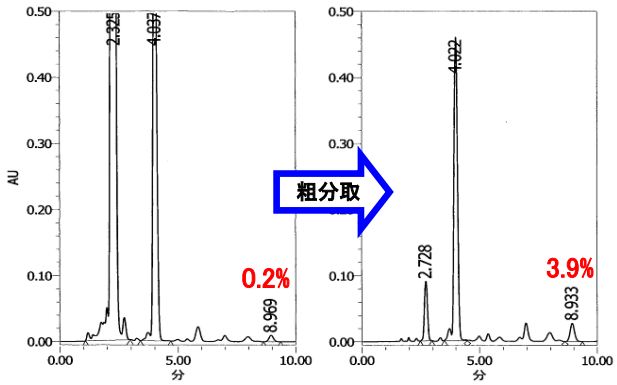

Fig. 3　粗分取による濃縮

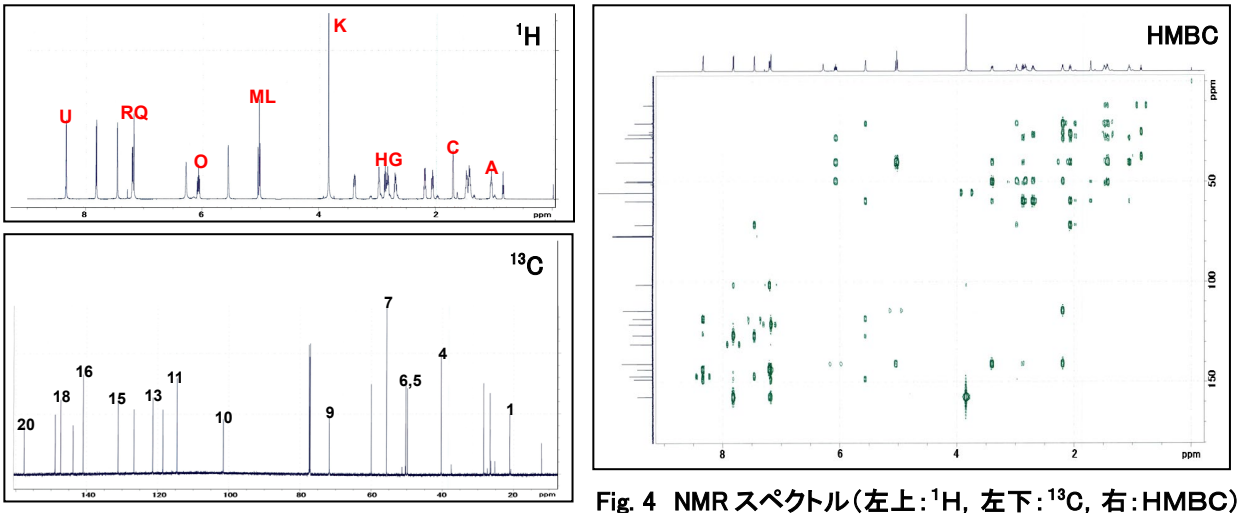

Fig. 4　NMR スペクトル（左上：^{1}H, 左下：^{13}C, 右：HMBC）

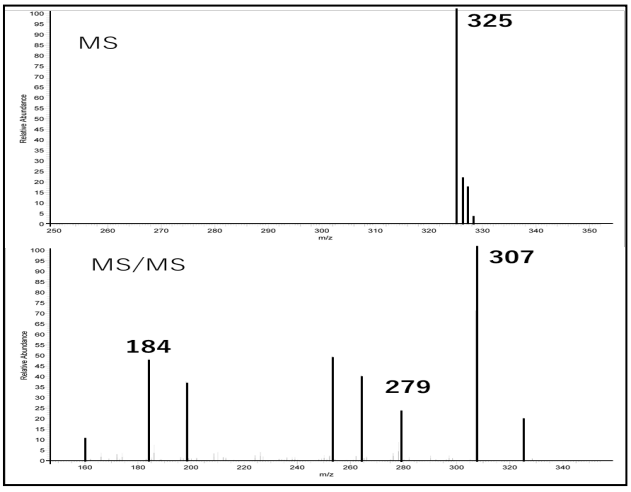

Fig. 5　マススペクトル

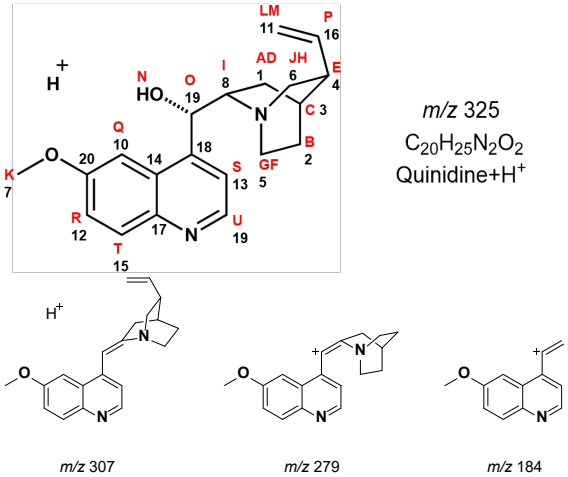

Fig. 6　推定構造と推定フラグメントパターン

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