

安定同位元素標識化合物標準品 スチレンオリゴマー

大阪事業所 播本 孝史

1 はじめに

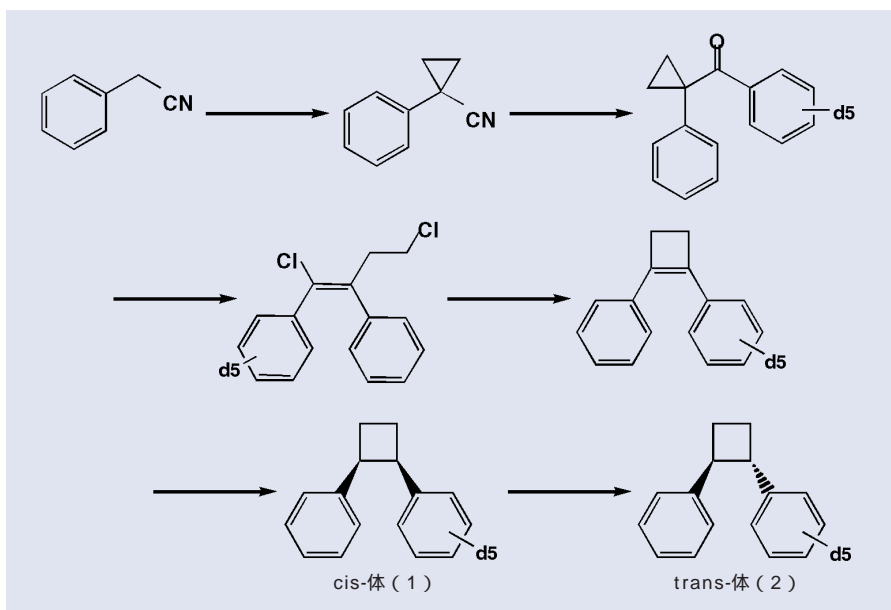
クロマトグラフ分析法における定量法として絶対検量線法、内標準法、被検成分追加法などがあり、一般的に絶対検量線法、内標準法が使用されています。この中でも前処理を含め測定条件にあまり依存しない内標準法が優れていますが、適当な内標準物質が必要になります。近年GC/MSの普及に伴い、被検成分と物理化学的性質が殆ど同じである安定同位元素標識化合物を内標準物質として用いる同位体希釈法が注目され、安定同位元素標識化合物標準品のニーズが高まっています。

一例として高分子化合物であるポリスチレンに関連して、ポリスチレン製造時の副生成物、熱などによる強制分解生成物、材質試験・溶出試験等で確認された化合物で、文献等で化学構造が明らかにされているものの中から5化合物を選び合成し、構造確認、及び同位体標識化率を算出しましたので概要をご紹介します。

2 スチレンオリゴマーの合成

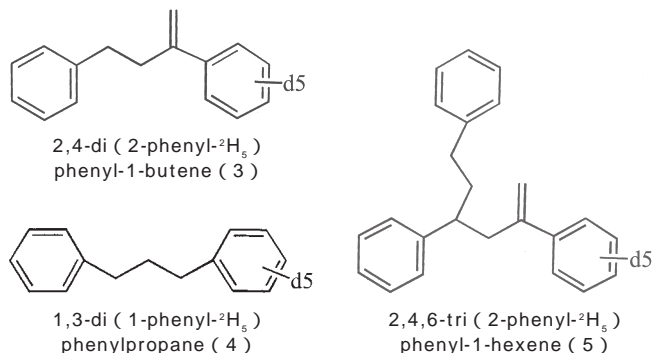
2.1 合成例

5化合物のうち、有機合成反応として興味深い2化合物(cis-及びtrans-1,2-di(1-phenyl-²H₅) phenylcyclobutane)につき合成ルートを示します¹⁾⁻³⁾。



2.2 合成した化合物

残り3化合物の構造を示します。



3 構造確認

MS (EI又はFD) 及び¹H-NMRにて確認しました。

4 同位体標識化率の算出法

GC/MS (SIM法) により標識体m/zと未標識体m/zの面積比を算出しました。化合物(1)(2)では98% (3), (4), (5) では100%でした。

文 献

- 1) M. Fedorynski, A. Jonezyk : Org. Prep. Proced. Int., 27, 355 (1995).
- 2) S. C. Bunce, J. B. Cloke : J. Am. Chem. Soc., 76, 2244 (1954).
- 3) M. S. Newman, G. Kaugars : J. Org. Chem., 30, 3295 (1965); 31, 1379 (1966).



播本 孝史
(はりもと たかし)
大阪事業所

SCAS

新分析技術
新分析装置紹介

NEWS