

# 微量成分の分取・構造解析の迅速化

医薬品原料・製剤中の微量成分や微量代謝物の構造解析では、必要量を確保するために多大な時間と労力を要します。東レリサーチセンターでは、より少ない微量成分の分取から構造解析まで、迅速に実施いたします。

## 微量成分の分取

NMR構造解析に必要な分取量の目安：50 µg以上 ( $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ 二次元NMRまで取得可能)  
(分子量500程度の化合物の場合) 0.3 mg以上 ( $^{13}\text{C}$  NMRスペクトルも取得可能)

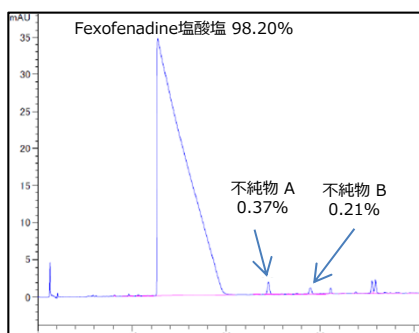
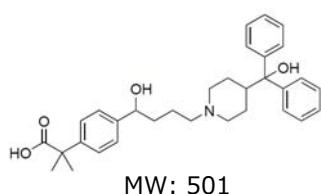
以下のような分取も迅速に実施します

- ・ **0.1%以下の極微量成分** ・  $^{13}\text{C}$  NMR測定に必要な**0.3 mg以上の分取**

## 分取・分析例

試料:

フェキソフェナジン塩酸塩



## 分取結果

成分	収量	純度
不純物 A	0.42 mg	96.2 %
不純物 B	1.95 mg	91.5 %

**分取条件の最適化から分取まで  
10日で完了**

↓ 構造解析へ

成分	質量分析	NMR分析 ( $^1\text{H}$ 、2次元)	構造式
フェキソフェナジン	<p>親イオン: <math>m/z</math> 502 (<math>[\text{M}+\text{H}]^+</math>)、組成: <math>\text{C}_{32}\text{H}_{39}\text{NO}_4</math></p> <p>LC/MS/MSから水酸基2つの存在を確認</p>	<p><math>^1\text{H}</math> NMR シグナルA シグナルB</p>	
不純物 A	<p><math>m/z</math> 500 (<math>[\text{M}+\text{H}]^+</math>)</p> <p>組成演算から<math>-\text{H}_2</math>、LC/MS/MSから水酸基1つ減と推定</p>	<p><math>^1\text{H}</math> NMR シグナルAなし</p> <p>COSYスペクトルにおいて、シグナルA以外の相関は観測</p> <p>酸化 (<math>-\text{H}_2</math>) はシグナルA部分と推定</p>	
不純物 B	<p><math>m/z</math> 484 (<math>[\text{M}+\text{H}]^+</math>)</p> <p>組成演算から<math>-\text{H}_2\text{O}</math>、LC/MS/MSから水酸基1つ減と推定</p>	<p><math>^1\text{H}</math> NMR シグナルA シグナルBなし → 脱水部位</p> <p>HSQCスペクトルにおいても、シグナルAを確認</p> <p>脱水 (<math>-\text{H}_2\text{O}</math>) はシグナルB部分と推定</p>	

**極微量かつ多成分の分取に迅速に対応致します  
長年に経験で培われた高い技術と解析力で構造解析を実施致します**