

医薬品原料の結晶多形評価

結晶多形の評価には X 線回折をはじめ、種々の方法が利用されています。医薬品原料であるグリシンを例に、X 線回折(XRD)、ラマン分光、熱分析(DSC)、固体核磁気共鳴(固体 NMR)による測定事例を紹介します。

【分析試料】 α 型、 γ 型グリシン

1. X 線回折 (XRD)

回折パターンの違いから、結晶多形を判別します。 α 型は単斜晶、 γ 型は六方晶の結晶であり、それぞれの結晶構造に由来する回折パターンが確認されました(図1)。また、XRD ではピーク面積を解析することで、結晶多形の定量を行うことができます。

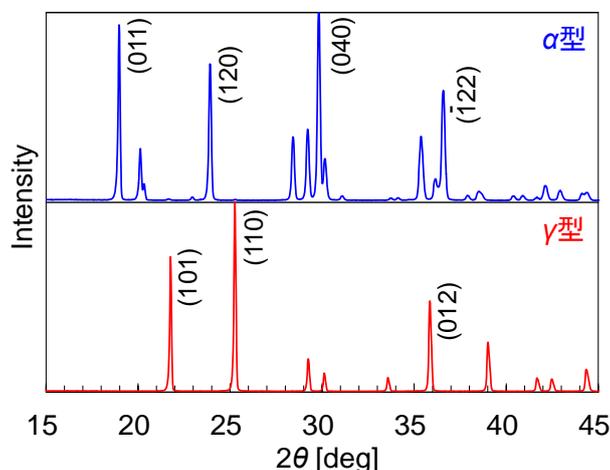


図1 XRD 測定結果

2. 熱分析 (DSC)

融解、分解等の熱挙動から、結晶多形を判別します。250°C付近の融解・分解による吸熱ピークのほか、 γ 型のみ 190°C付近に α 型への転移に起因する吸熱ピークが観察されました(図2)。

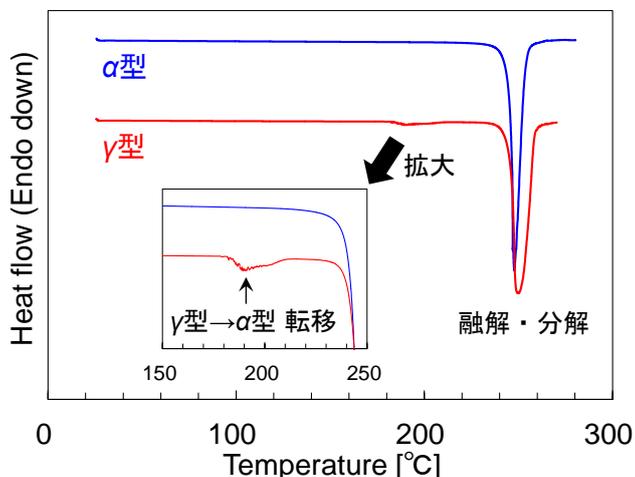


図2 DSC 測定結果

株式会社カネカテクノリサーチ

資料請求・お問い合わせはTELまたはHPから

営業部/06-6226-4350 東京営業所/03-5297-5201 名古屋営業所/052-959-5766

URL <http://www.ktr.co.jp/>

3. ラマン分光

ラマンシフトの違いから、結晶多形を判別します。 α 型と γ 型では結晶構造（分子配列）が異なるため、分子間相互作用も異なります。分子間相互作用の違いに起因して、 α 型と γ 型とで 1400cm^{-1} 付近、 1040cm^{-1} 付近でラマンシフト、スペクトル形状に違いが確認されました（図3）。

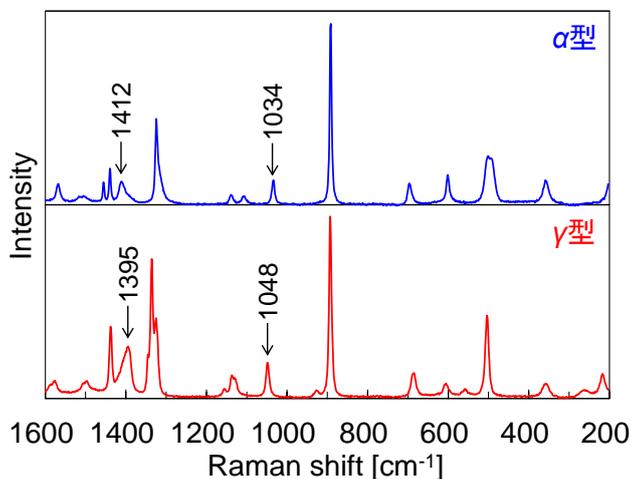


図3 ラマン分光測定結果

4. 固体核磁気共鳴（固体 NMR）

化学シフトの違いから、結晶多形を判別します。 γ 型は α 型よりも高磁場側にシフトしています（図4）。

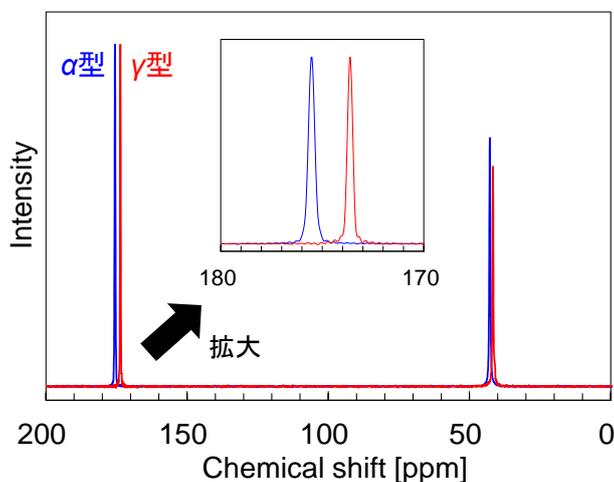


図4 固体 ^{13}C NMR 測定結果

弊社では XRD、ラマン分光、DSC、固体 NMR など、評価対象に応じた各種装置で結晶多形を分析できます。