

## 【技術資料】 固体 NMR による有機材料の結晶多形解析

### 概要

結晶性の医薬品原薬は、結晶構造により溶解性や薬剤の活性が異なる場合があります。結晶多形を把握することが重要となります。本資料では、固体 NMR を用いたグリシンの結晶多形解析事例を紹介します。

### 分析方法・分析装置

分析方法:  $^{13}\text{C}$  DDMAS NMR  
分析装置: 400MHz NMR

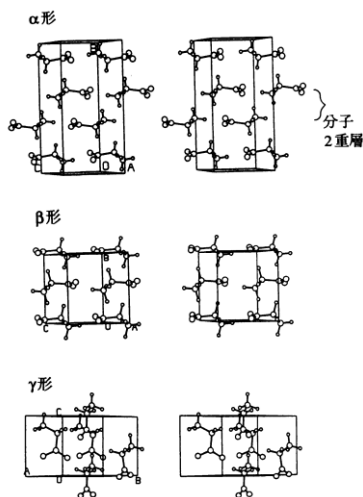
### 試料

グリシン( $\alpha$  型、 $\gamma$  型)

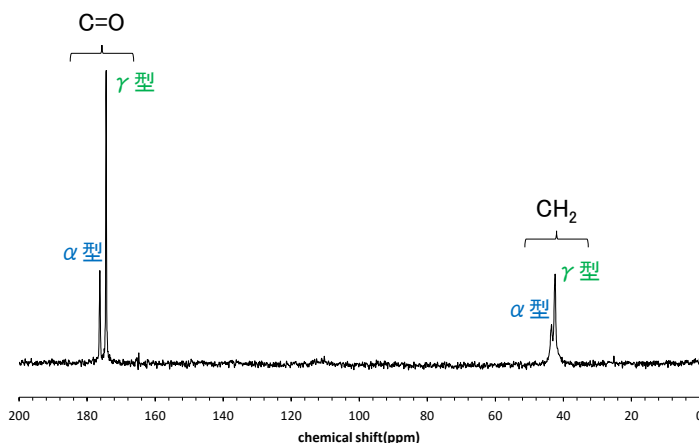
### 分析事例

グリシンはアミノ酸の一種で、3つ( $\alpha$  型、 $\beta$  型、 $\gamma$  型)の結晶多形が知られています【図 1】。<sup>1)</sup>ここでは、 $\alpha$  型と $\gamma$  型が混在したグリシンを試料に用いて、 $^{13}\text{C}$  DDMAS NMR 測定を行いました【図 2】。 $\text{CH}_2$  基と  $\text{C}=\text{O}$  基のピークがそれぞれ 2 成分観測され、低磁場側が $\alpha$  型、高磁場側が $\gamma$  型のピークと帰属されました。<sup>2)</sup>

本測定は定量条件で行っており、ピークが分離している  $\text{C}=\text{O}$  基のピーク積分値から各結晶構造の比率 (mol%) を算出した結果、 $\alpha$  型:  $\gamma$  型=28:72 でした。このように、固体 NMR では純品による検量線作成を行う必要がなく、混合試料のスペクトルから直接比率が算出できます。



【図 1】 グリシンの結晶構造 <sup>1)</sup>



【図 2】 グリシンの  $^{13}\text{C}$  DDMAS NMR スペクトル

### 参考文献

- 1) 永嶋伸也, 日本結晶学会誌, **35**, 381(1993).
- 2) M. J. Potrzebowski, P. Tekely and Y. Dusausoy, *Solid State Nucl. Magn. Reson.*, **11**, 253(1998).

適用分野: 有機材料(医薬品)

キーワード: 固体 NMR、結晶構造、結晶多形、アミノ酸