

不純物を含む試料からの未知結晶構造解析(2)

～ フルフェナム酸共結晶 ～

はじめに

従来、結晶構造解析は単結晶を用いることが一般的でした。しかし、結晶性の純物精製が難しい試料、また純物質の精製ができて結晶成長が難しい試料では単結晶による結晶構造解析は困難となります。近年では粉末 X 線回折装置の精度が著しく向上してきており、結晶性の純物質が得られれば、粉末試料からでも結晶構造解析を行うことが可能となりつつあります。ここでは不純物を含む共結晶の粉末試料を測定し、得られた回折図形から構造解析を行った例を示します。

測定・解析例

フルフェナム酸・安息香酸共結晶は、フルフェナム酸と安息香酸を含む溶液から結晶化できますが、単結晶構造解析ができるサイズの単結晶が合成できません。それに加え、結晶化して得られた粉末には、安息香酸のみが再結晶化した粉末が含まれていました。PDXLでは、不純物(この場合は安息香酸結晶)の同定を行い、残った回折ピークの強度から、指数付け、構造決定、構造精密化を行うことができます。不純物相の同定には、CIFやPDFなどのデータベースだけでなく、ユーザーが作成したデータベースも利用できます。

図1に安息香酸結晶を含む回折パターンからフルフェナム酸・安息香酸共結晶の結晶構造を決定し、Rietveld法により結晶構造を精密化した結果を、図2に粉末結晶構造解析と単結晶構造解析により得られた構造を示します。これにより、不純物を含む粉末回折データからでも、精度よく構造を解析できることが明らかとなりました。

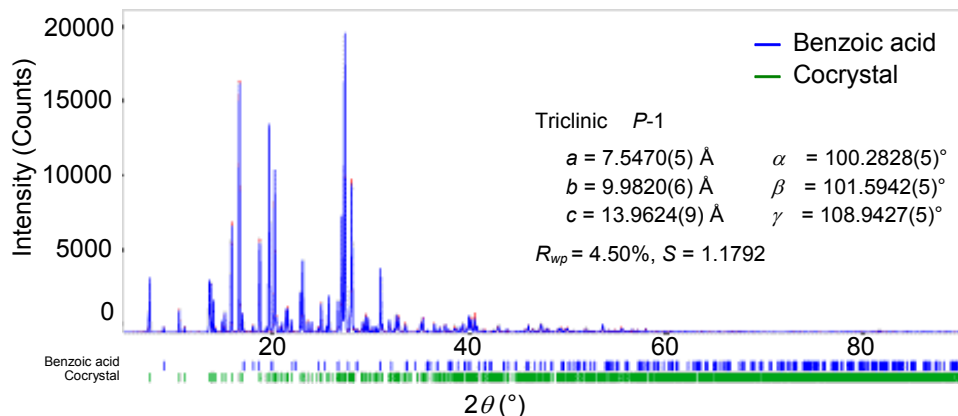


図1 安息香酸およびフルフェナム酸・安息香酸共結晶のX線回折パターン

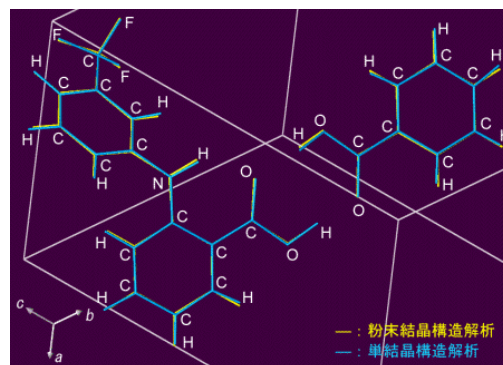


図2 粉末結晶構造解析により得られた共結晶の結晶構造

参考文献: 小中 尚 他: 日本薬学会第130年会. (2010), 29P-pm084

試料ご提供: 中外製薬株式会社 様

推奨装置・ソフトウェア

- ▶ 全自動水平型多目的 X 線回折装置 SmartLab + $K\alpha_1$ ユニット + CBO-E集光光学系 + 高速1次元X線検出器 D/teX Ultra + 統合粉末X線解析ソフトウェアPDXL

(K1202ja)