

Application News

No. X258

X線分析
X-ray Analysis

高速 X 線回折分析 (医薬品)

— ワイドレンジ高速検出器 OneSight —

High Speed X-ray Diffraction Analysis of Medicine Using Wide Range High-Speed Detector "OneSight"

■ ワイドレンジ高速検出器 "OneSight"

Wide Range High-Speed Detector "OneSight"

ワイドレンジ高速検出器 OneSight は、1000 ch 以上もの半導体素子から構成された検出器です。従来のシンチレーション検出器と比較して 20 倍以上の強度が得られるため高速測定が可能です。定性分析においては、高分解能モード、標準モード、高速モードの 3 種類のスキャンモードおよびゴニオメーターを固定して測定するワンショットモードを使い分けることにより、様々な試料に対して高速・高分解能で測定できます。ここでは、医薬品の高速 X 線回折分析例をご紹介します。

R. Ogawa Y. Okamoto

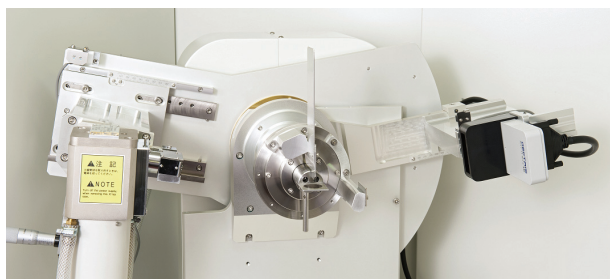


Fig. 1 OneSight 搭載型 XRD-7000
XRD-7000 Equipped with OneSight

■ 医薬品の結晶多形測定

Polymorphism Analysis of Medicine

医薬品や有機物には、化学式が同じでも結晶系が異なる、いわゆる結晶多形が多く存在します。結晶多形は、その効能や体内での溶解度などの特性が異なったり、場合によっては特許に抵触することもあり、薬品の品質管理には X 線回折装置による測定が重要になります。

ここでは、ワイドレンジ高速検出器 OneSight を用いて 2 種類の結晶多形 (Form 1, Form 2) を持つラニティジンおよび 2 種類の結晶多形の混合物の測定を行いました。

Table 1 測定条件
Analytical Conditions

装置	XRD-7000
X線ターゲット	Cu
管電圧-管電流	30 kV - 40 mA
単色化	Niフィルター
測定範囲	2θ : 10 - 50 度
走査速度	43 度/分
検出器	ワイドレンジ高速検出器 OneSight
測定モード	ステップスキャン (標準モード)

■ 結晶多形の測定結果

Results of Polymorphism Analysis

Form 1 と Form 2 の純物質の回折パターンを Fig. 1 に示します。このように、組成が同じでも結晶多形では回折ピークが異なる位置に存在することがわかります。

さらに、Form 1 と Form 2 の混合物および Form 1 と Form 2 の回折パターンの重ね合わせの比較 (10 度 ~ 28 度を拡大) を Fig. 3 に示します。混合物では Form 1 と Form 2 両方のピークが認められました。

また、従来のシンチレーション検出器での測定も行いその測定速度を比較しました。

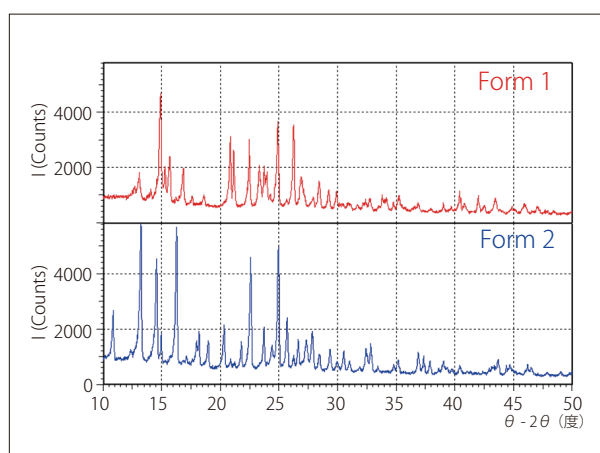


Fig. 2 Form 1 と Form 2 の回折パターン
Diffraction Pattern of Form 1 and Form 2

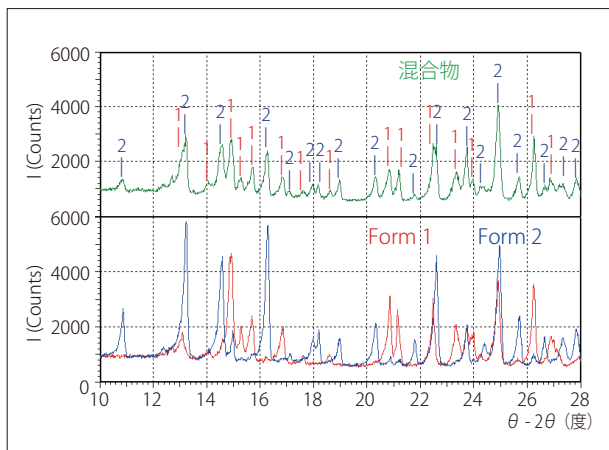


Fig. 3 Form 1とForm 2の混合物(上图)と、Form 1およびForm 2の回折パターンの重ね合わせ(下图)
Diffraction Pattern of a Mixture of Form 1 and Form 2 (above) and the Overlaid Pattern of Form 1 and Form 2 (below)

従来のシンチレーション検出器では測定に20分を要します。しかし、ワイドレンジ高速検出器 OneSight を使用することで数分で測定することが可能です。Form 1 を高速検出器 OneSight (43度/分) とシンチレーション検出器 (2度/分) で測定した回折パターンの重ねあわせを Fig. 4 に示します。

OneSight では、さらなる高速測定をおこなう高速モード、ピーク毎の精密な分析に適した高分解能モードも搭載しており、それぞれモードを切り替えて測定できます。

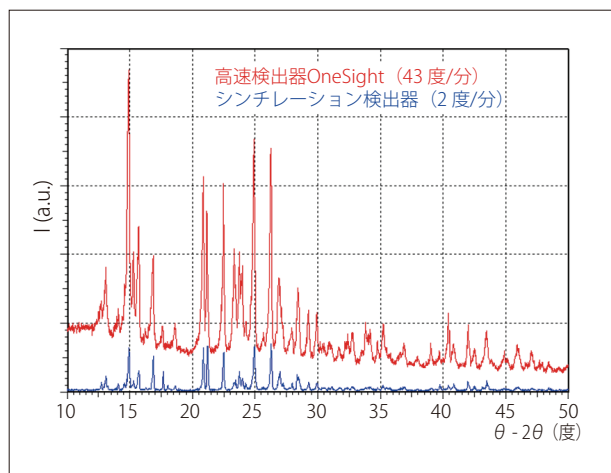


Fig. 4 高速検出器 OneSight と従来のシンチレーション検出器の回折パターン
Diffraction Pattern by High-Speed Detector OneSight and Conventional Scintillation Counter

■ワンショットモードによる医薬品の高速測定 High Speed X-ray Diffraction Analysis of Medicine by One Shot Mode

広い取り込み角度を生かして対象のピーク位置に検出器を固定して分析する「ワンショットモード」により、限られた角度範囲を短時間で高分解能で測定することが可能です。ここでは、ある薬品 A のステップスキャン測定とワンショット測定の比較を行いました。

Table 2 測定条件
Analytical Conditions

モード	ステップスキャン (標準モード)	ワンショット
装置	XRD-7000	
X線ターゲット	Cu	
管電圧-管電流	30 kV - 40 mA	
単色化	Niフィルター	
測定範囲	2θ:15~25度	
積分時間	55秒	10秒
検出器	ワイドレンジ高速検出器OneSight	

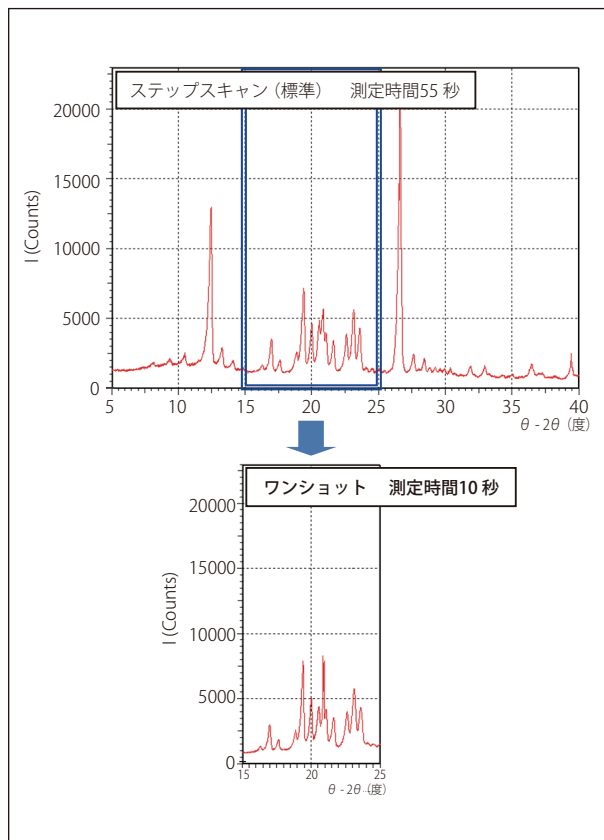


Fig. 5 ワンショットモードとステップスキャンモードの測定時間の比較
Measurement Time Comparison Between One Shot Mode and Step Scanning Mode

ある特定のピークのみを確認測定を行う場合、ワンショットモードではゴニオメーターの走査をしない分、ステップスキャンモードよりもさらに高速に測定できます。