

MAXima_X XRD-7000

使用多毛细管平行光束系统的测定例（药品·食品·生体篇）

多毛细管由许多（poly）导向 X 射线的毛细管（Capillary）构成，使用多毛细管可将 X 射线点光源发出的 X 射线以大立体角接收并从出口得到平行的 X 射线光束。多毛细管光学系统与传统的聚焦束光学系统（Bragg-Brentano 法）和通常的平行束光学系统比较，能够有效地利用从 X 射线管发生的 X 射线，因此，可得到高强度的衍射 X 射线。采用平行束光学系统时，即使样品测定面位置产生偏离，衍射角度也不发生变化，所以即使是曲面或凹凸不平的样品面，也可进行高灵敏度·高精度的测定，解决了在聚焦束光学系统中容易产生衍射 X 射线强度的衰减、衍射角度偏移等问题，可直接测定药品、食品、生物等复杂形状样品。

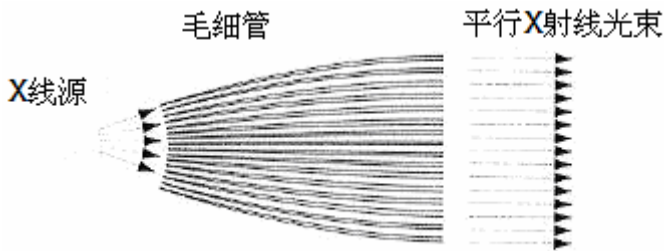


图 1. 多毛细管平行光束概念图

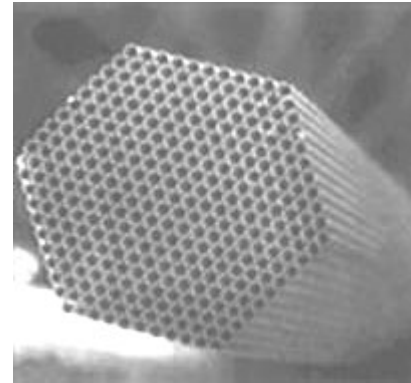


图 2. 多毛细管的扫描电镜照片

药品片剂的测定例

许多医药品或有机物即使化学结构式相同晶形也不同，即存在所谓的多晶形。因晶形不同而其功效或在体内的溶解速度等特性也不同，有时也会与专利发生抵触，因此，在药品的质量管理中，使用 X 射线衍射装置进行分析测定不可或缺。这种分析要求不仅在原材料的管理中，在最终产品的成形品管理中也不断增多。但是，在使用以往的聚焦束光学系统进行的测定中，对片剂等测定面为非平面的样品进行的测定，因发生衍射角度偏离、强度下降，而不能达到实用分析的水平。对于这样形状的样品，使用多毛细管平行光束法进行的分析例表示如下。



图 3. 雷尼替丁片剂的外观

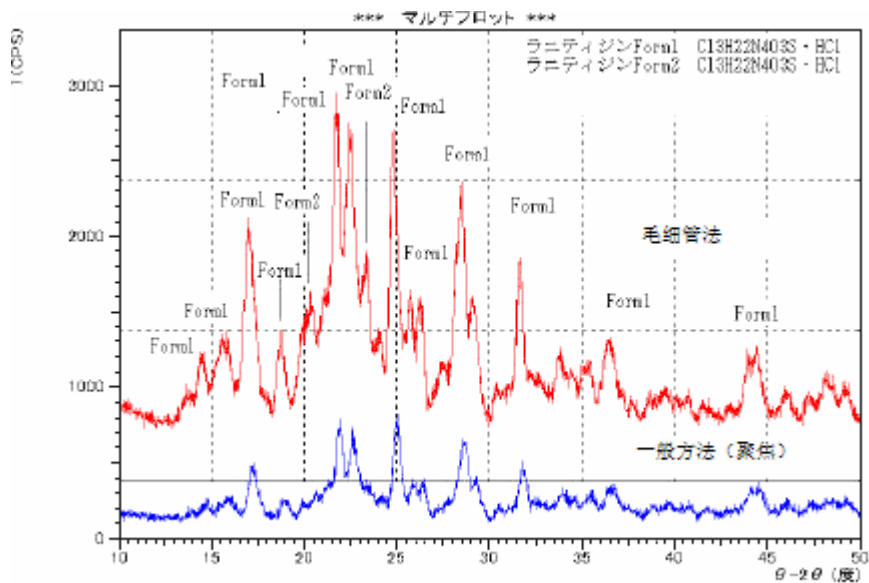


图 4. 雷尼替丁片剂的多晶形测定数据

图 4 表示使用多毛细管法与标准法进行的肠胃药等中 H2 对抗剂 ranitijin 的测定例。此样品的主成分是 Form1，但测定目的在于分析是否存在多晶形 Form2。使用多毛细管法可清楚地确认到 Form2 的特征衍射线 ($2\theta = 20^\circ$ 附近)，可知存在 Form2。但使用标准法(聚焦束光学系统)时，灵敏度低下，未能明确表示出有无 Form2 的存在。使用多毛细管法的测定峰形，可明确区分来自非结晶质的峰和结晶部分的峰，并可正确地进行结晶度计算。

牙齿的测定

使用一般方法测定了图 5 所示的牙齿的顶部，X 射线被中央部的凹陷和四周的凸起部遮挡，强度显著降低。使用多毛细管法时，样品面凹凸的影响小，检测到一般方法未能检测到的 $2\theta = 28^\circ$ 、 47° 附近的微小的衍射线。并且，一般方法的衍射角度与标样的 IC_DD 数据库卡 No. 76-694(图中垂直线)相比，向低角度一侧偏离。这是从牙齿凹陷处反射的衍射线造成的影响。



图 5. 牙齿的外观照片

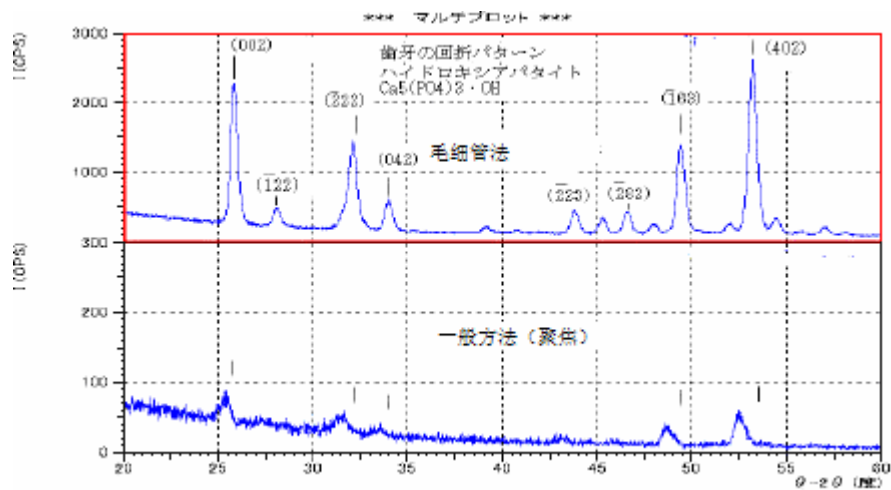


图 6. 牙齿的测定例

球形巧克力的测定

使用一般方法测定了图 7 所示的球形巧克力，但结晶性的衍射线几乎没有检测出。使用多毛细管法时，如图 8 所示，明确地检测出含在巧克力中的蔗糖的衍射线。蔗糖的结晶度约 50%。一般方法时，衍射线强度显著降低的原因是因为样品面的弯曲，衍射线被遮挡，只有中央部对衍射有贡献。



图 7. 球形巧克力的外观

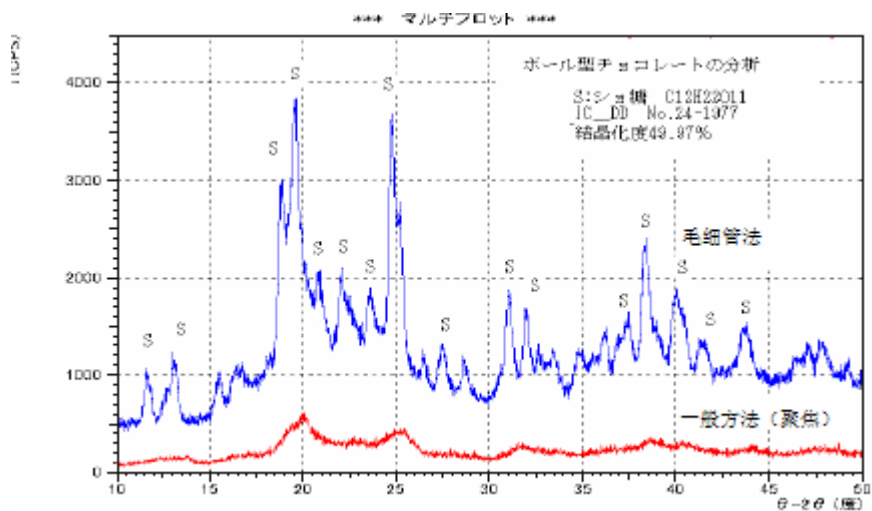


图 8. 球形巧克力的测定例(结晶度)