

MiniFlex300/600

バルク試料の測定例 2 ～錠剤～

はじめに

粉末X線回折装置はセラミックや鉱物などの無機材料から医薬品などの有機材料まで、多くの産業・研究分野で幅広く用いられています。MiniFlexシリーズは、据え置き型粉末X線回折装置と比較して、本体体積が1/20、重量1/10、AC100Vコンセント電源で動作可能なデスクトップ装置です。MiniFlexシリーズの最新機種として、最大定格出力600Wの高出力タイプ(MiniFlex600)と、水道設備不要・省スペースの300Wタイプ(MiniFlex300)があります。

測定・解析例

粉末X線回折装置は、試料の調整と測定条件を工夫することでバルク試料の測定も行うことができます。医薬品錠剤やボールベアリングなど曲率平面を持つ試料を測定する場合、曲率の影響により回折角度がシフトする、半価幅が広がるなどの影響が見られます。このような表面を持つ試料の場合、アルミ試料板の裏側から粘土やセロハンテープを用いて試料表面が試料板の基準面と同じ高さになるように調整します。測定時には発散スリットと入射高さ制限スリットを絞って測定を行うことで、曲率の影響を低減させることができ、X線回折パターンに対する誤差を少なくすることができます。図1に、医薬品錠剤のX線回折パターンと定性分析結果を示します。測定の結果、錠剤中の有効成分であるIbuprofenやEthenzamideを同定することができました。

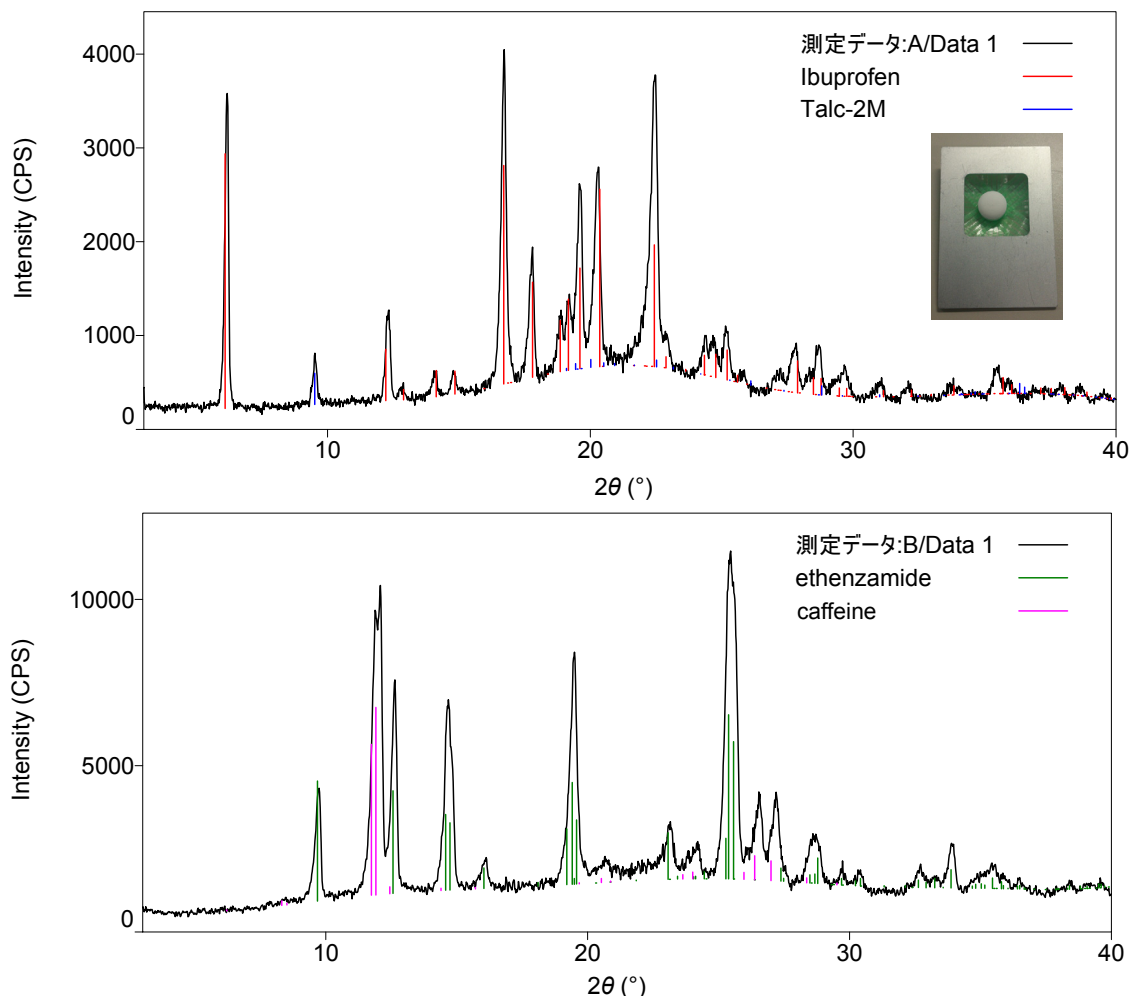


図1 医薬品錠剤のX線回折パターン

測定条件：MiniFlex600(ファインフォーカス管球 40 kV, 15 mA), 検出器：D/teX Ultra(K β フィルター使用), スリット系：DS = 0.1 mm, SS = 8 mm, RS = 13 mm, 入射・受光ソーラスリット = 2.5°, 入射高さ制限スリット = 2 mm

測定条件：測角範囲 $2\theta = 3 \sim 40^\circ$, サンプリング間隔 0.02° , 走査速度 $4^\circ / \text{min.}$ (約10分)

(K1114ja)