



PILATUS 100K を用いた粉末 X 線結晶構造解析

今吉憲幸
SAI 株式会社

1. 背景と研究目的

放射光を用いた粉末 X 線回折測定は、医薬品原薬の結晶形同定に特に有用である。しかし、イメージングプレートを用いた検出が多いため、良好な S/N 比のデータを得るためには時間単位の露光時間が必要であった。一方、Photon counting 検出器は S/N に優れた検出器であるが、これを用いることができれば、比較的短時間で良好な S/N 比のデータが得られると考えられる。

今回、BL5S2 の PILATUS100K を用いて粉末 X 線回折測定を行い、従来のイメージングプレート型検出器での測定データと比較検証を行った。

2. 実験内容

[試料] Cimetidine、Indomethacin、Acetazolamide
キャピラリー(リンデマンガラス、0.5 Φ)に封入したものをを用いた。

[測定] X 線波長:1 Å
検出器:PILATUS100K
露光時間 10 分カメラ長:339mm
検出器:イメージングプレート
露光時間 20 分、カメラ長:286mm

3. [結果]

1. 粉末結晶構造解析

イメージングプレートを用いた場合と同様に、いずれの試料についても問題なく、粉末 X 線回折パターンから結晶構造が得られた(図1)。また、PILATUS100K の 4 連装によるデータ連結の影響は認められなかった。

イメージングプレートよりも PILATUS100K を用いた方が、粉末 X 線回折パターンは低バックグラウンドかつ低ノイズであったため、粉末構造解析には有用であった。特に微小ピークとノイズの判断が明確であった。

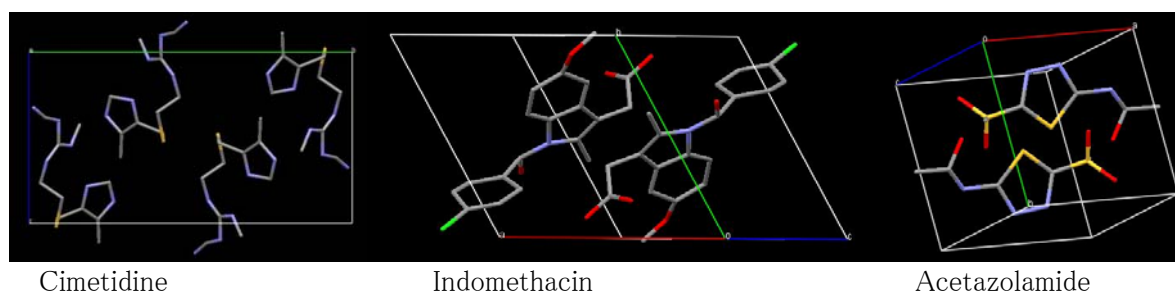


図1 粉末 X 線回折パターンから求めた結晶構造

2. 粉末 X 線回折パターンの比較

PILATUS100K を用いた方が、低ノイズであり、微弱ピークが明白である。

さらに、ピーク裾野の広がりが少なく、ピーク形状が良好であった。

医薬品など結晶多形の精査が必要な場合には、非常に有用であると考えられる。

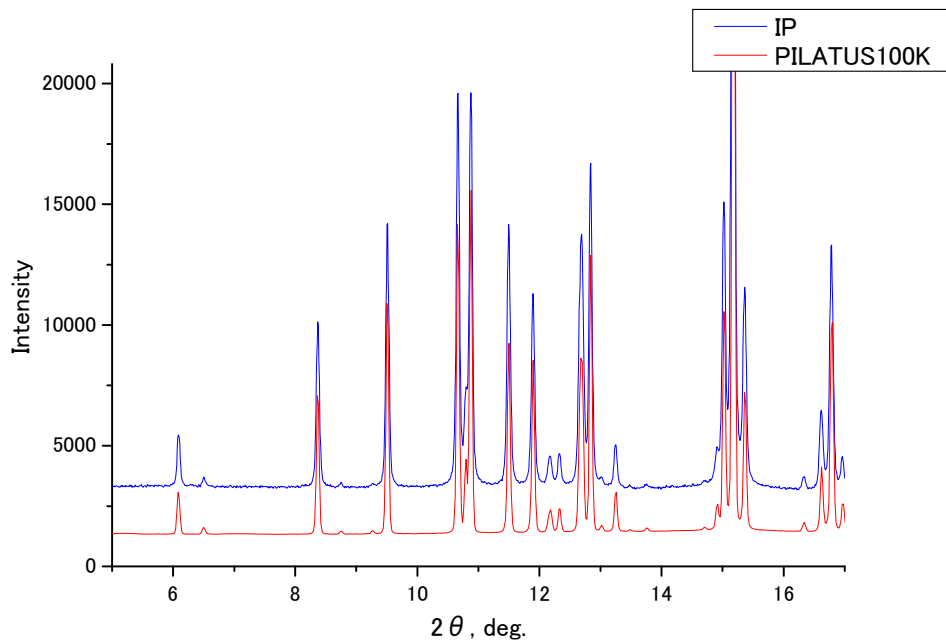


図2 PILATUS100K とイメージングプレート(IP)の比較 (Cimetidine の粉末 X 線回折パターン)

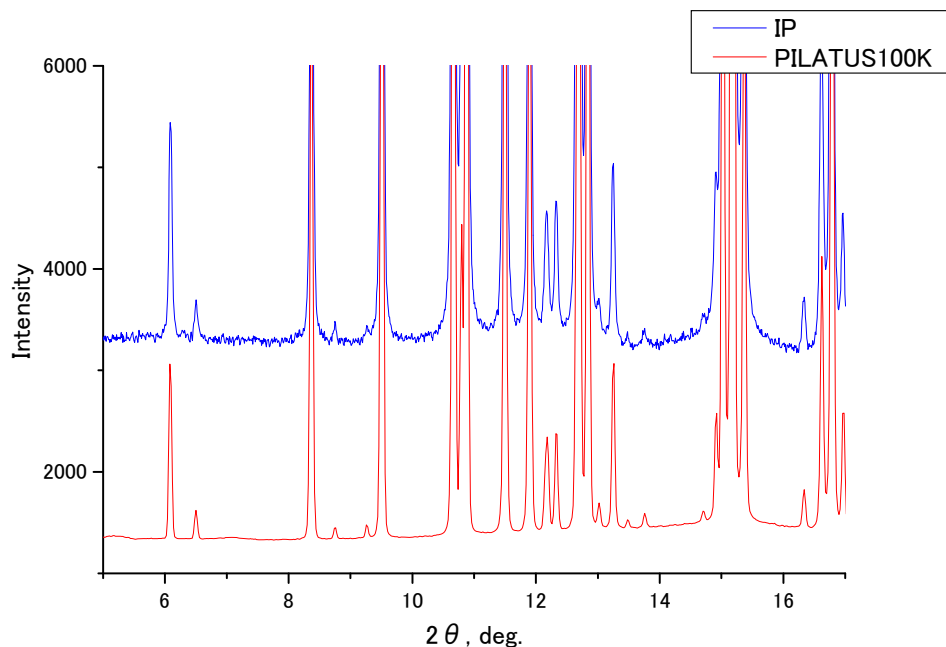


図3 PILATUS100K とイメージングプレート(IP)の比較 拡大 (Cimetidine の粉末 X 線回折パターン)