

Применение рентгеновских дифрактометров производства SHIMADZU для исследования кристалличности твердых лекарственных форм

Сухомлинов А.Б., директор компании «ШимЮкрейн»

Помимо инструментальных методов исследования химического состава лекарственных средств в лабораториях предприятий фармацевтической отрасли используются методы оценки значений регламентируемых параметров, не связанные с измерением концентрации компонентов. Одним из таких методов является рентгеновская дифрактометрия. Этот вид инструментального анализа применительно к задачам фармацевтической отрасли позволяет характеризовать кристалличность порошковых и таблетированных лекарственных форм. Технические возможности рентгеновских дифрактометров производства японской приборостроительной корпорации SHIMADZU позволяют применять как традиционный метод Брегга – Брентано для анализа порошков, так и поликапиллярную оптику для анализа таблеток или других объектов с неплоской поверхностью.

Рентгеновская дифрактометрия как один из методов рентгеноструктурного анализа довольно широко распространена в общелабораторной практике. Однако в лабораториях предприятий фармацевтической отрасли этот метод начали применять относительно недавно. Задача контроля твердых лекарственных форм по характеристике кристалличности возникла в связи с необходимостью обеспечения тех свойств при их применении, которыми они должны обладать в соответствии с патентом. Известно, что многие фармацевтические препараты полиморфны, то есть способны прини-

мать разные кристаллические формы, несмотря на одну и ту же химическую формулу. Однако подобные вещества с разной кристаллической структурой имеют и разные физико-химические свойства (например, разную скорость растворения), что объясняет их различную эффективность действия. Чтобы убедиться в том, что испытуемое лекарственное средство имеет именно такую характеристику кристалличности, которая соответствует требованиям патента, проводят фазовый анализ с целью оценки кристалличности.

Соответствующие измерения проводятся с помощью приборов, называемых рентгеновскими дифрактометрами, поскольку в основе этих измерений лежит дифракция лучей рентгеновского диапазона на кристаллической решетке испытуемого материала. Японская приборостроительная корпорация SHIMADZU выпускает две модели рентгеновских дифрактометров, различающихся по типу используемого гониометра. В модели XRD-6100 «LabX» (фото № 1) использован вертикальный гониометр θ - 2θ типа (фото № 2) с фиксированным радиусом сканирования 185 мм. Модель XRD-7000 «Maxima_X» оснащена вертикальным гониометром θ - θ типа (фото № 3) с изменяемым в пределах от 200 до 275 мм радиусом сканирования. Существует также ряд отличий в значениях основных технических характеристик двух указанных моделей дифрактометров, которые приведены ниже.

Данные об угловых позициях линий дифракции и их интенсивности, получаемые при анализе проб на



Фото № 1. Рентгеновский дифрактометр модели XRD-6100 «LabX»

дифрактометрах, используют для проведения как качественного фазового анализа (идентификация кристаллических фаз), так и количественного фазового анализа кристаллических материалов. Дифрактометрические данные позволяют также оценить соотношение аморфной и кристаллической фаз образца.

Чаще всего с помощью дифрактометров исследуют пробы в форме порошка. При работе с пробами такого типа для получения надежных результатов достаточно использовать традиционный метод Брегга – Брентано. Однако применение фокусировки по Бреггу – Брентано при анализе других типов проб (например, таблеток или иных проб с неплоской поверхностью) не позволяет получить надежные результаты вследствие смещения дифракционных максимумов и значительного снижения их интенсивности. С этой целью в рентгеновских дифрактометрах производства корпорации SHIMADZU использована система параллельного пучка с применением поликапиллярной оптики. Суть ее состоит в том, что расходящийся пучок рентгеновского излучения от источника сначала попадает в поликапиллярную полулинзу, выходит из нее в форме однородного параллельного пучка и только затем попадает на пробу. Такая оптическая система более эффективна не только с точки зрения интенсивности. При использовании поликапиллярной оптики угол дифракции не изменяется при смещении исследуемой поверхности пробы, что дает возможность измерять пробы с искривлен-



Фото № 2. Вертикальный гониометр θ - 2θ типа для рентгеновского дифрактометра модели XRD-6100 «LabX»

ной и неровной поверхностью, улучшает разрешение и позволяет избежать смещения дифракционных максимумов. Поэтому благодаря применению поликапиллярной системы достигаются надежные результаты при работе с пробами, имеющими неплоскую поверхность. Система поликапиллярной оптики может быть использована в обеих моделях рентгеновских дифрактометров производства SHIMADZU.

Ниже приведены основные технические характеристики этих моделей.

В модели XRD-6100 «LabX» используется рентгеновская трубка с материалом анода Cu, Co, Fe, Cr. Размеры фокуса и соответствующая максимальная мощность: 1,0 x 10 мм – 2 кВт; 2,0 x 12 мм – 2,7 кВт; 0,4 x 12 мм – 2,2 кВт. Максимальная мощность рентгеновского генератора составляет 3 кВт, максимальный ток – 80 мА, максимальное напряжение – 60 кВ, шаг изменения тока – 1 мА, шаг изменения напряжения – 1 кВ. Механизм защиты (блокировка двери, аварийный стоп) реагирует на превышение мощности, перегрузки по току и напряжению, перебои водоснабжения. Вертикальный гониометр θ - 2θ типа имеет фиксированный радиус сканирования 185 мм, минимальный шаг сканирования 0,002 градуса (2θ) и 0,001 градуса (θ). Воспроизводимость угла – + 0,001 градуса (2θ). Диапазон сканирования – от –6 до 163 градусов (2θ) и от –180 до 180 градусов (θ). Режимы сканирования: θ / 2θ связанный; θ и 2θ независимый. Режимы работы: непрерывное сканирование, пошаговое сканиро-

вание, калибровка, позиционирование, осцилляция по оси тета (при 2θ -непрерывном и пошаговом сканировании). Скорость поворота: 1000 градусов / мин (2θ). Скорость сканирования: 0,1 – 50 градусов / мин (2θ), 0,05 – 25 градусов / мин (θ). Автосамплер на 5 позиций (опция).

В модели XRD-7000 «Maxima_X» используется рентгеновская трубка с материалом анода Cu, Co, Fe, Cr. Размеры фокуса и соответствующая максимальная мощность: 1,0 x 10 мм – 2 кВт; 2,0 x 12 мм – 2,7 кВт; 0,4 x 12 мм – 2,2 кВт. Максимальная мощность рентгеновского генератора составляет 3 кВт, максимальный ток – 80 мА, максимальное напряжение – 60 кВ. Механизм защиты (блокировка двери, аварийный стоп) реагирует на превышение мощности, перегрузки по току и напряжению, перебои водоснабжения. Вертикальный гониометр θ - θ типа имеет изменяемый в интервале от 200 до 275 мм радиус сканирования, минимальный шаг сканирования 0,0001 градуса (θ). Режимы работы: непрерывное сканирование, пошаговое сканирование, позиционирование, осцилляция по оси тета. Скорость сканирования: 0,1 – 50 градусов / мин (θ), 0,1 – 100 градусов / мин (2θ). Автосамплер на 5 позиций (опция). Максимальный размер пробы – 400 мм x 550 мм x 400 мм.

Для каждой из указанных выше моделей дифрактометров применимы следующие опции:

- система поликапиллярной оптики;
- система автоматических переменных щелей;
- монохроматор дифрагированного пучка;
- приставка для вращения образца;
- приставка для анализа тонких пленок;
- приставка для анализа волокон с программным обеспечением;
- приставка для анализа микрообъектов с цифровой видеокамерой;
- приставка для анализа макронапряжений с программным обеспечением;



Фото № 3. Вертикальный гониометр θ - 2θ типа для рентгеновского дифрактометра модели XRD-7000 «Maxima_X»

- высоко- и низкотемпературные камеры;
- приставка для текстурного анализа с программным обеспечением;
- дополнительное программное обеспечение «Расчет остаточного аустенита»;
- дополнительное программное обеспечение «Прецизионный расчет параметров решетки»;
- дополнительное программное обеспечение «Определение степени ориентации волокон»;
- дополнительное программное обеспечение «Определение размеров кристаллитов и искажений решетки»;
- дополнительное программное обеспечение «Определение степени кристалличности»;
- базы данных порошковых дифрактограмм PDF-2 и PDF-4;
- дополнительное программное обеспечение анализа строения и количественного фазового состава с помощью метода Ритвельда. ■

 **SHIMADZU**
Excellence in Science

Контактная информация:

**Генеральный дистрибьютор
аналитического оборудования
SHIMADZU в Украине и Республике
Молдова**

ООО «ШимЮкрейн»
Украина, 01042, г. Киев,
ул. Чигорина, 18, офис 428/429.
Телефоны/факсы:
+380 (44) 284-54-97; 284-24-85;
390-00-23
shimukraine@gmail.com
www.shimadzu.com.ua

