

BL37XU 分光分析

1. 概要

BL37XUでは蛍光X線分析を主体としてナノプローブや深さ分解法を組み合わせ、X線分光により物質の機能解明に関して精力的に研究が行われている。2012年度は2011年度までに増設および調整が終了した第3実験ハッチ内に設置した「ナノビーム走査型顕微鏡」を中心に順調にユーザー実験を遂行することができた。第3実験ハッチは、集光ミラーの縮小率の増大を狙って増設された実験ハッチであり、光源から80 m、第1ハッチとの距離が30 mと長い間、中間鏡筒が長い結像型X線顕微鏡を構築できる。そこで2012年度は拡大光学系結像型X線顕微鏡の構築へ向けた第1ステップとして、等倍光学系透過型X線顕微鏡を構築し、均等視野をもつ高分解能CT計測を行い、30 mの中間鏡筒の効果を実証するスタディを実施した。

2. On-the-fly スキャン型透過型CT計測システムの構築

図1に新たに構築したOn-the fly スキャン型CT計測装置の配置を示す。既設BL (BL47XU等) のCT装置との大きな違いは、ビームディフューザーと試料間の距離を長く設定できる点である。均等視野を得るためには、適当な散乱体を用いてランダムに波面を乱すことによりビームを拡散する。そのため、発散角を大きくとることが望ましい。しかしながら、例えばBL47XUではビームディフューザー-試料間距離が8 m程度なので、拡散効果が不十分な場合があった。BL37XUでは、ビームディフューザー(第1ハッチに設置)と試料(第3ハッチに設置)間を27 mに

設定できるため、理想的な拡散光が得られることが期待できる。ディフューザーとしては市販のコピー用紙を用い、吸収像はCMOS搭載の可視光変換型2次元X線検出器により記録した。試料の吸収像(透過像)を試料による散乱の影響を抑えて計測するため、2次元検出器は試料の直下流に配置した。

3. CT撮影による薬剤造粒評価への応用

図1のシステムを用い、薬剤顆粒体に対するCT計測を行った。実験にはSi(111)液体窒素冷却2結晶分光器と高調波カットミラーにより8 keVに単色化したX線を用いた。試料は外径500 μm のキャピラリーに充填し、900投影/180°のOn-the-fly スキャンによりCT撮影を行った。1回のCTスキャンに要する時間はおよそ5分であった。2次元検出器は試料の2 mm下流に設置した。撮影した像の視野は850 μm \times 640 μm 、ピクセルサイズは0.444 μm であった。

本実験で用いた試料は重元素としてBrを含む医薬品の製剤過程の顆粒体であり、攪拌溶融造粒法により作成された粒径200~300 μm 程度のものである。CT像を図2に示す。Brを含む高密度な薬剤領域が白色粒状に存在していることがわかる。また、グリセリン脂肪酸エステルやセルロースなどの低密度物質についても形状や大きさの違いから見分けられることがわかる。さらに、造粒時のプロセス条件を変化させた種々の試料についてCT撮影を行ったところ、構成成分の粒子径や分布、空隙率などについて造粒条件依存性が確認できた。SEMを用いた場合、外形

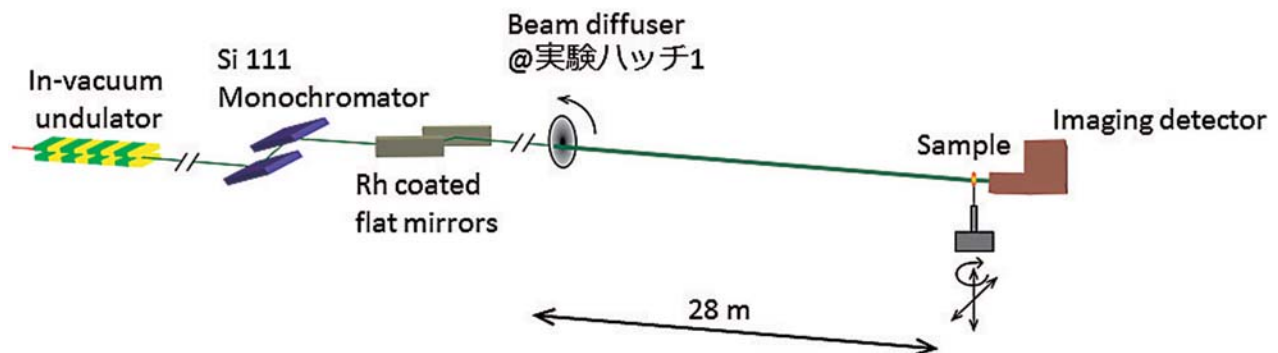


図1 CT装置の概略図。

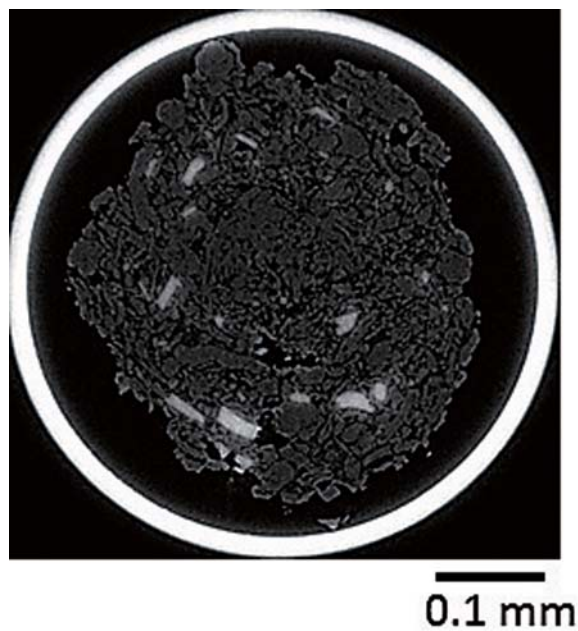


図2 薬剤顆粒体のCT像。X線エネルギー15 keV。

情報のみ得られるのに対し、本法を用いることにより薬剤顆粒体内部の構造を明らかにできることが確認でき、CTによる3次元解析が、溶解性改善などの製剤改良のために重要な造粒プロセスの評価手法として新たな有力な手段となることが示された。

利用研究促進部門
分光物性 I グループ
寺田 靖子