

# デスクトップ型粉末回折装置と PDF-4/Organics データベースを利用した有機化合物の分析

井田 隆

名古屋工業大学先進セラミックス研究センター  
〒507-0071 岐阜県多治見市旭ヶ丘 10-6-29

## Analysis of Organic Compounds with PDF-4/Organics Database and a Desk-top Powder Diffraction Instrument

Takashi Ida

Advanced Ceramics Research Center, Nagoya Institute of Technology  
10-6-29 Asahigaoka, Tajimi, Gifu 507-0071, JAPAN

Diffraction data of D-glucose have been collected with a desk-top powder diffraction measurement system with a silicon strip-type X-ray detector. It is shown that a deconvolutional treatment on the collected data is effective to correct peak shift caused by instrumental aberrations. The powder diffraction data have also been simulated based on data listed in PDF-4/Organics. Coincidence between the deconvolutionally treated and simulated data has been improved by applying the March-Dollase model for preferred orientation.

**Keywords:** desk-top powder diffraction instrument, pharmaceutical, Bragg-Brentano geometry

### 1. はじめに

世界的な感染症拡大にともなう、医薬品の薬効成分を含む有機化合物評価の重要性が増す状況となった。現在処方される医薬品の薬効成分は、生体内で機能する酵素の活動を阻害する働きを持つ比較的低分子量の有機化合物であることが多い。例えば日本で 2021 年末に特例承認を受けたメルク社のモルヌピラビル Molnupiravir は  $C_{13}H_{19}N_3O_7$  の分子式を持つ化合物で、RNA ポリメラーゼの遺伝子複製機能を阻害し、RNA ウイルスの増殖を抑制すると言われる。

有機化合物は結晶成長の条件によって異なる結晶構造(多形)を取る場合が多い。経口服用される医薬品としての応用では、消化器官中の飲食物・消化液等の混合液への溶出速度が多形によって異なることが問題になる場合がある。また、医薬品として長期間保存をするためには、室温・大気雰囲気下での劣化の進行速度が多形によって異なることも問題になる。有機化合物を医薬品として応用する場合には、多形まで含めて管理することが必須とされる。有機化合物結晶の構造は単結晶 X 線回折法によって決定される場合が多いが、医薬品としての製剤のプロセスでは粉末 X 線回折法による評価が必要になる。粉末回折データのみから有機化合物の結晶構造を推定できる場合もあるが、医薬品分野では、必ずしもその

ことを理由として有機化合物の粉末 X 線回折評価が重要視されるようになったわけではない。

一方で、現時点では、標準的に用いられる粉末回折測定装置には半導体ストリップ型検出器の搭載される場合が多くなり、特に小型・軽量の装置がデスクトップ型回折装置として市販されるようになった。

本研究では、デスクトップ型粉末回折装置を用いて得られた有機化合物試料の粉末回折データに対して、逆畳込的な処理を施すことにより、データベース利用のための妨げになる副ピークの除去、装置収差によるピークシフトと非対称なピーク形状の変形について修整を施す処理を試みる。また、有機化合物を主に収録する PDF-4/Organics データベースに基づく粉末回折強度図形シミュレーションの結果と比較し、有機化合物の同定・分析・多形スクリーニングなどの目的で、デスクトップ型粉末回折装置がどのように機能しうるか、また PDF-4/Organics の利用が効果的かについて調べる。

### 2. PDF-4/Organics データベース

#### 2-1 PDF-4/Organics データベースの概要

国際回折データセンター(ICDD)は米国に本拠地を置き、粉末回折と結晶構造のデータベース(Powder Diffraction File; PDF)を提供する組織である。2022年

版のデータベースでは、無機化合物を主に収録する PDF-4+ の収録件数は約 46 万件、有機化合物を主に収録する PDF-4/Organics の収録件数は約 56 万件となった。

有機化合物の結晶構造を収録するデータベースとしては、英国 CCDC から発行される CSD (The Cambridge Structural Database) の方が有力と見られる場合も多いと思われる。CSD の 2019 年版の収録件数は約 100 万件とされており、PDF-4/Organics の収録件数より遥かに多い。

PDF-4/Organics に含まれるデータの多くも CCDC からのライセンス供与による結晶構造データに基づく。しかし、CCDC から提供されたデータに対して ICDD は独自に内容の審査をし、かなり多くの割合のデータを不採択とし、このことが収録件数の差の要因になっている面もある。現時点で ICDD は国際標準化機構 (ISO) から品質管理システムに関する ISO 9001:2015 認証を受ける唯一のデータベース管理組織であり、その組織の管理する PDF-4/Organics は比較的信頼性の高いデータベースと評価される面もある。

PDF-4/Organics データベースは、PDF-4+ データベースと同じように、すべてのデータに品質記号 (Quality Mark; QM) が付けられ、比較的信頼性の高いエントリーのみを表示したり、信頼性の高い順にエントリーを表示させることも可能である。PDF データベースがこれらの機能を持つことがメリットとなる場合も少なくない。

## 2-2 PDF-4/Organics の操作

PDF-4/Organics データベースのユーザーインターフェースは PDF-4+ とほぼ同様であり、無機物と有機物とを両方扱う場合のあるユーザーにとっては、異なる操作方法を習得する必要がなく、扱いやすい面がある。

ICDD PDF データベースでは、結晶構造と実測の粉末回折データと比較をするための基本的な情報として、回折ピークごとの面間隔 ( $d$ ) とピーク積分強度 ( $I$ )、反射指数 ( $hkl$ ) のリストが保持されている。指定した X 線あるいは中性子線・電子線の波長  $\lambda$  から、ブラッグの式

$$\lambda = 2d \sin \theta \quad (1)$$

あるいは

$$2\theta = 2 \arcsin \frac{\lambda}{2d} \quad (2)$$

の関係によって算出される回折ピーク角度  $2\theta$  の値も計算される。実測粉末回折データと  $2\theta$ - $I$  リストとを照合することが PDF データベースの最も基本的な利用のしかたである。

有機化合物結晶の単位胞は典型的な無機化合物結晶と比較して大きい。例えば Cu  $K\alpha_1$  X 線源の波長で、 $\alpha$ -D-glucose (葡萄糖) の場合には、回折角  $90^\circ$  程度以下の領域に 200 本程度の反射ピークのリストが表示される。

無機物質であれば、基本情報となる  $d(2\theta)$ - $I$ - $hkl$  リストの情報を表計算ソフトやグラフ描画ソフトウェア、自作ソフトウェア用のデータとしてタイピング入力するのでも苦にならない場合も多いが、有機化合物結晶の分析のために必要となる情報のタイピング入力は、事実上不可能になると考える方がよい。

PDF-4/Organics のユーザーインターフェースでは “Export” プルダウン・メニューから “ICDD XML File (\*.xml)” 形式でのファイル出力を選択すれば、HTML (hyper-text markup language) と似た形式のテキスト・ファイル出力が得られる。この \*.xml ファイルを Microsoft Excel で読み込めば、データシートが表示される。Microsoft Excel のデータシートからコピー & ペースト操作で Wavemetrics Igor Pro などの他のアプリケーションにデータを移行することができる。\*.xml ファイルの文法を解釈する入力メソッドを実装することも極端に困難ではないと予想されるが、一般的な粉末回折ユーザが PDF-4/Organics に含まれる情報を再利用するためには Microsoft Excel を用いる手順が有効と思われる。

## 3. デスクトップ型粉末回折装置

### 3-1 半導体ストリップ型 X 線検出器

2000 年代以降、市販される多くの粉末回折装置は半導体ストリップ型 X 線検出器 (SSXD) を搭載するようになった。SSXD 素子は、例えば 0.1 mm 間隔で配置された 128 本のストリップ型 PIN フォトダイオードが単一の Si 基板上に作り込まれ、それぞれの検出ストリップに集積化された信号増幅回路・パルス弁別回路・計数回路・レジスタ等が接続されたものである。それぞれの信号処理回路は独立に動作する。従来の粉末 X 線回折測定では、検出器として 0.1–0.3 mm 程度の細いナイフエッジ型受光スリットとシンチレーション計数器の組み合わせの使われる場合が多かったが、SSXD はそれと同じ機能を持つ X 線検出回路を 128 組持つものと同等と考えてよい。

### 3-2 連続走査積算

一般的に用いられるブラッグ・ブレンターノ型粉末回折装置に SSXD が搭載される場合、中心ストリップが試料に対して X 線源焦点位置と対称となるように検出器ユニットが駆動される。非中心ストリップの検出した X 線強度は、ゴニオメータ角にストリップのオフセット角を加えた回折角での強度として積算される。通常は、ゴニオメータを一定の角速度で連続回転しながら、一定の時間間隔で検出ストリップの記録した X 線光子の数を、該当する回折角での X 線光子カウント数として積算し、検出素子のレジスタをリセットする操作を繰り返す。このような強度測定法を連続走査積算 (CSI; continuous scan integration) と呼ぶ。

CSI 測定をした場合に、ある回折角に対する X 線強度として記録される値は、従来型の測定装置で検出器角度を固定し試料を一定の角度範囲で揺動回転させながら回折強度の積算をした値と等価になる。このために粉末試料中でランダムに配向した結晶粒が回折条件を満たし観測される回折強度に寄与する確率も 100 倍程度になる。

従来の粉末 X 線回折測定法では、観測される回折強度の統計的な精度を確保するために、測定に用いる粉末は例えば  $10\ \mu\text{m}$  以下の大きさまで粉砕すべきなどと言われたが、CSI-SSXD を用いる場合には、その数倍の粒径でも同程度の統計精度が得られる。試料の粉砕に必要なコストは粒径の自乗に概ね反比例するので、粉砕コストは  $1/30\text{--}1/20$  倍程度になる。検出効率の向上と粉砕コストの低減を合わせれば、CSI-SSXD を用いることにより、従来法と比べて約 1000 倍を超えるコストパフォーマンスが実現されると見積もられる。

### 3-3 デスクトップ型粉末 X 線回折装置

複数の X 線回折装置製造会社が CSI-SSXD の利用可能な装置を提供する。従来の標準的な粉末 X 線回折装置と比べて小型・低出力・軽量・安価な装置が販売されるようになり、デスクトップ型粉末回折装置と呼ばれるようになった。

たとえばリガク社 MiniFlex 600-C では、ゴニオメータ半径 150 mm、X 線出力 600 W、消費電力 1.1 kW、冷却水循環装置の内蔵された本体の重量が 90 kg と「デスクトップ型」と呼ぶのにふさわしい仕様となっている。

### 3-4 デスクトップ型装置による有機化合物の評価

市販されるデスクトップ型粉末回折装置の利用は、有機化合物の測定の場合にも有効だが、注意をした方がよい点もある。

有機化合物は、典型的な無機化合物と比べて単位胞が大きいので、かなり低い回折角に回折ピークが現れる。このとき標準的なスリットを用いた測定では入射ビームによる照射範囲が試料面からはみ出すことの影響 (spill-over effect) が現れる。また、CSI-SSXD データでは、かなり広い回折角範囲にわたって入射ビームが試料面から中途半端にはみ出した状態になり、従来提案されていた数学的なモデル化・補正法は使えなくなる。

細い発散スリットを使って入射ビームの発散を制限する選択もありうる。測定時間を長くすれば強度の損失による統計精度の低下を補うことは可能である。しかしこの方法では、回折条件を満たす結晶粒の数が減少することによる統計精度の低下を補うことはできない。

CSI-SSXD データでは、ビームのはみ出しの効果も、その影響を受ける赤道収差の影響もやや複雑な挙動を示す。その関係性について明確な数学モデルが立てられ、実用的な補正法が提案されるようになったのは、最近の

ことである (Ida, 2021a)。

有機化合物は X 線に対する透過性が高く、そのことに由来する試料透過性収差の影響は、典型的な無機化合物より強く現れる。試料透過性収差の影響は試料の線減衰係数  $\mu$ 、ゴニオメータ半径  $R$  の場合に、一義的には  $\mu R$  に反比例する。試料の透過性の影響は、ゴニオメータ半径  $R$  が短いデスクトップ型装置では、より強く現れる。

試料透過性の影響に関する一次近似モデルは古くから知られており、過去の標準的な装置については、その近似の妥当性について実験的な検証もされていた (Ida & Kimura, 1999)。しかし、ゴニオメータ半径の短いデスクトップ型の装置で一次近似の適用が妥当であるかは必ずしも明確ではない。

試料透過性収差による回折ピークのシフトとピーク形状の非対称な歪みを補整する方法は既に提案されていた (Ida & Toraya, 2002)。しかし極端に透過性が高く試料の有限な厚さの影響が無視できない場合にどのように対応すべきかについて、具体的な手法は明確にされていなかった。この問題はデスクトップ型装置から従来型装置に関わらず、粉末回折法で有機化合物の評価をする場合には、避けて通れない問題である。

## 4. 測定

### 4-1 試料

瑪瑙乳鉢・乳棒を用い 10 min 程度の時間をかけて市販の D-glucose 試薬 (富士フィルム和光純薬、試薬特級) を粉砕した。粉砕によって得られた粉末試料を厚さ  $t = 1.5\ \text{mm}$ 、開口部の幅  $W = 20\ \text{mm}$  のアルミニウム製試料ホルダに測定面の背面から充填するバック・ローディングによって測定試料を準備した。充填した粉末の重量は  $0.51525\ \text{g}$  であった。Cu  $K\alpha_1$  線の光子エネルギー  $8.04\ \text{keV}$  の X 線に対する D-glucose  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$  の質量減衰係数として  $\mu/\rho = 7.947\ \text{cm}^2/\text{g}$  を仮定した。粉末試料の実測の嵩密度  $\rho = 0.873\ \text{g}/\text{cm}^3$  から、X 線の線減衰係数は  $\mu = 6.94\ \text{cm}^{-1}$ 、X 線侵入深さは  $\mu^{-1} = 1.44\ \text{mm}$  と見積もられた。

### 4-2 測定装置と測定条件

半導体ストリップ型 X 線検出器 (Rigaku, D/teX Ultra-2) を装備したブラッグ・ブレンターノ型粉末回折測定装置 (Rigaku, MiniFlex 600-C) を用いて粉末回折測定を行った。X 線源としては銅ターゲットの封入管 (Canon Electronic Devices, A-21 Cu) を加速電圧 40 kV、放電電流 15 mA の定格条件で使用した。仕様上の X 線源有効焦点サイズは  $w_x = 0.1\ \text{mm}$  であった。発散スリットの開き角は  $\Phi_{\text{DS}} = 1.25^\circ$  とした。公称厚さ  $0.023\ \text{mm}$  の Ni 箔を入射ビーム側の光路に挿入し、Cu  $K\beta$  線を減衰させるためのフィルターとして用いた。回折装置のゴニオメータ半径は  $R = 150\ \text{mm}$  であった。ソーラー・スリットに用いられる金属箔の間隔と長さの比の逆正接

として定義されるソーラー・スリット角の公称値は  $\Phi_{SS} = 1.25^\circ$  であった。

X線の検出に用いた半導体ストリップ型検出器 (Rigaku, D/teX Ultra-2) のストリップ間隔は  $w_D = 0.1$  mm、総ストリップ本数は 128 本であった。このことから検出面の赤道方向に沿った有効サイズは 12.8 mm であり、検出器の有効画角は  $2\Psi = 4.89^\circ$  とみなせる。

ゴニオメータ角度  $2\Theta$ :  $5^\circ - 95^\circ$  の範囲を  $10^\circ/\text{min}$  の角速度で走査した。サンプリングの間隔は  $0.01^\circ$  とした。ステップあたりの計数時間は  $0.06$  s に相当する。

## 5. 測定結果と逆畳込処理

### 5-1 生データ

測定により得られた回折強度値をゴニオメータ角  $2\Theta$  に対してプロットした図形の一部 ( $5^\circ - 55^\circ$ ) を Fig. 1 に示す。Fig. 1 に示す範囲の強度データは 5 min の測定時間で得られたが、従来の感覚ではやや不自然と思われるかもしれないほど滑らかな回折強度図形が得られている。このことには、ゴニオメータ半径が短く角度分解能が低いことも影響しているが、むしろ CSI-SSXD を用いることにより、従来の手法より統計精度の高い粉末回折データが得られると予想されたことを支持する結果と言える。

Fig. 1 中には、30 本ほどの強度ピークが認められる。また、ピーク形状は低角側に長い裾を引く非対称な形状になっている。このことは主に試料透過性収差によると考えられ、ピーク位置の低角側へのシフトが起きていることも自然に推測される。

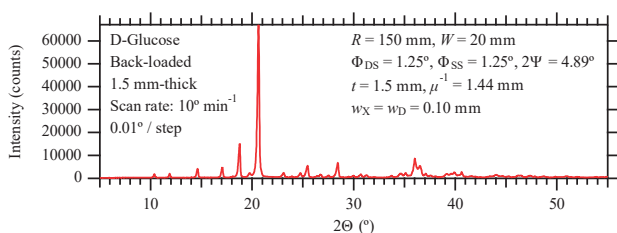


Fig. 1 デスクトップ粉末回折装置により得られた市販 D-glucose 試薬の粉末回折強度図形

### 5-2 逆畳込処理

X線源の分光強度分布の影響と装置収差についての逆畳込処理を行った結果を Fig. 2 に示す。また、ここではビームはみ出しによる強度損失とビーム透過による強度損失を自動回復する処理を施している。

逆畳込処理と喪失強度回復処理の詳細についての記述は省略するが、Fig. 2 に示した強度図形は、Cu  $K\alpha_1$  位置にピークを持つ左右対称な単一ピーク形状の分光強度分布を持つ仮想的な X 線源と、左右対称化された装置収差函数モデルとの畳込として表現される回折図形に相当する。

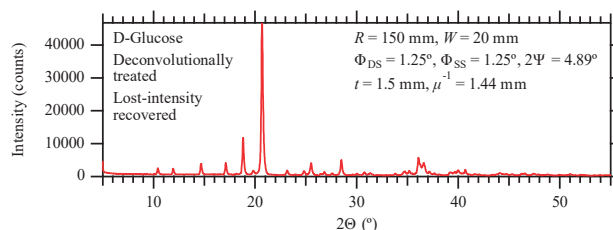


Fig. 2 デスクトップ粉末回折装置により得られた市販 D-glucose 試薬の粉末回折強度データに逆畳込処理を施して得られた強度図形

### 5-3 PDF-4/Organics に基づくシミュレーション

PDF-4/Organics 2022 に収録されるデータのうち化学組成  $C_6H_{12}O_6$  として記載されるデータには 411 件のエントリーがあり、glucose 以外に galactose、mannose、fructose などが含まれる。名称に glucose を含むことを制約条件として追加して再検索すると、エントリー数は 21 件になった。このうち最高ランクの S (star) 品質データは 11 件であり、 $\alpha$ -D-glucose が 3 件、 $\beta$ -D-glucose が 4 件、 $\alpha$ -D-glucose monohydrate と glucose sodium bromide hemihydrate、glucose sodium iodide hemihydrate、 $\alpha$ -D-glucose-urea complex が 1 件ずつであった。

$\alpha$ -D-glucose (PDF 02-063-0147) と  $\beta$ -D-glucose (PDF 02-063-0149) のデータに基づいて、今回の測定条件で予想される回折強度図形を Fig. 3 と Fig. 4 に示す。

Fig. 2 と Fig. 3、Fig. 4 を比較すれば、今回測定した D-glucose 試薬の主成分は  $\alpha$ -D-Glucose であることがわかる。PDF 02-063-147 の記載では、結晶系は直方晶系、空間群番号 19、空間群記号  $P2_12_1$ 、 $a = 10.3662$  (9) Å、 $b = 14.8506$  (16) Å、 $c = 4.9573$  (3) Å、単位胞体積  $V_{\text{cell}} = 765.92$  Å<sup>3</sup>、単位胞中の化学単位  $Z = 4$ 、計算密度

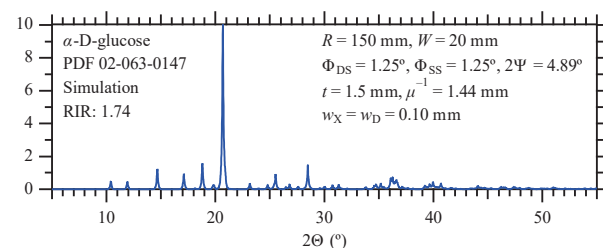


Fig. 3  $\alpha$ -D-Glucose (PDF 02-063-0147) のデータから予測される回折強度図形

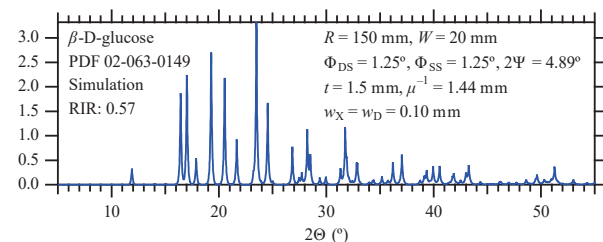


Fig. 4  $\beta$ -D-Glucose (PDF 02-063-0149) のデータから予測される回折強度図形

$d_{\text{calc}} = 1.562 \text{ g cm}^{-3}$ とされている。

今回用いた粉末 X 線回折図形シミュレーション手法の一部の内容については既に公開されている (Ida, 2021b)。

#### 5-4 選択配向補正

Fig. 2 と Fig. 3 の強度パターンの食い違いは、選択配向効果によるものとして概ね説明できる。

例えば、選択配向軸 (主軸) を (102) 方向にとり、選択配向パラメータ (アスペクト比) を  $r = 0.709$  とする March-Dollase の一軸配向モデル (Dollase, 1986) を仮定して PDF 02-063-147 に記載された強度に補正を加えれば、Fig. 5 に示す強度図形が得られる。ただし、簡略化のためにここでは検出器のサイズが有限であることを無視した処理を施している。

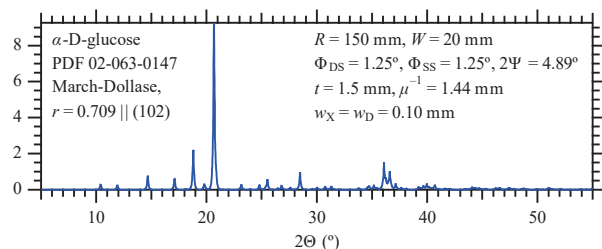


Fig. 5  $\alpha$ -D-Glucose (PDF 02-063-0147) のデータと、選択配向軸 (102)、選択配向パラメータ  $r = 0.709$  とする March-Dollase 配向モデルをから予測される回折強度図形

Fig. 2 と Fig. 3、Fig. 5 とを比較すれば、選択配向モデルを取り入れることにより、PDF-4/Organics データから、実測の強度パターンに対して、より近い強度図形の得られたことがわかる。

選択配向が晶癖に由来するものとするれば、結晶学的な対称性から一軸配向はありえないはずだが、現実の試料がなんらかの選択配向を持つと解釈すること自体は自然である。

## 6. 同定と定性分析

同定・定性分析の文脈では、例えば「Fig. 2 で明瞭なピークとして確認できるピークは、すべて  $\alpha$ -D-glucose (PDF 02-063-0147) のピークに帰属された」というような表現がされる。

データベースからは回折ピークの  $2\theta$ - $I$  リストが提供されるが、前節に示したように、実測のピーク強度値が選択配向の影響を受けて変動することも普通なので、同定を行う際には、ピーク  $2\theta$  位置の一致度が重要となる。

$\alpha$ -D-Glucose の最強ピークである 111 反射付近の回折強度図形を Fig. 6 に示す。実測のピーク位置は PDF 02-063-0147 に記載された値より約  $0.05^\circ$  低角側に出現している。最強ピークに対する相対強度 5.6% とされる 220 反射は、111 反射ピークの右側に肩のような構造と

して現れているが、かなり注意深くなければ、気づきにくいと思われる。相対強度 2.1% と 1.7% の 101 反射と 130 反射の重なったピークも出現しているが、それぞれを特定することは困難である。相対強度 0.2% とされる 021 反射を強度ピークとして確認することはできないが、相対強度 0.7% とされる 210 反射は強度ピークとして認めることができる。

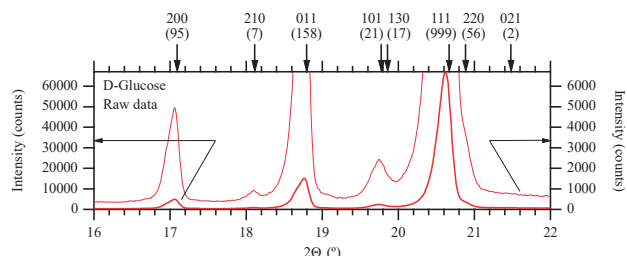


Fig. 6  $\alpha$ -D-Glucose 111 反射付近の実測強度図形。上余白の矢印と括弧内の数値は、PDF 02-063-0147 に記載されたピーク位置と強度値を表す。

逆畳込の処理を施したデータについて、Fig. 6 に示した回折角範囲と同じ回折角範囲の強度図形を Fig. 7 に示す。Fig. 6 に示した実測回折強度図形では低角側へのピーク位置シフト、低角側に裾を引く非対称なピーク形状が現れており、逆畳込の処理の後にはその非対称性は弱められる。ピークの強度が 2/3 程度になり、やや細く見えるピーク形状になっていること的主要因は、逆畳込的な処理により  $K\alpha_2$  サブピークを除去する処理を施していることによる。

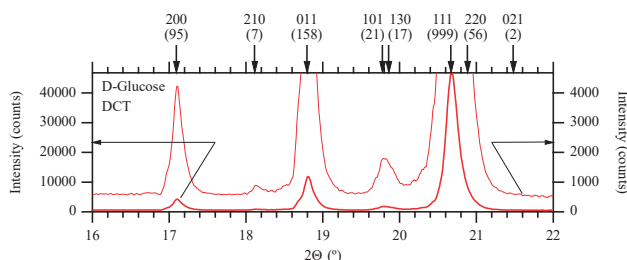


Fig. 7  $\alpha$ -D-Glucose 111 反射付近の逆畳込処理後の強度図形。

しかし、逆畳込の処理後のピーク位置は、PDF 02-063-0147 に記載された値より約  $0.01^\circ$  高角側に出現し、高角側に長めの裾を引く形状となっている。試料透過性効果を過大に評価している可能性はあるが、 $0.01^\circ$  の角度ずれは装置製造会社が保証する機械精度の限界に近く、「 $0.01^\circ$  の許容誤差範囲でピーク位置が一致した」と表現されても、強い違和感はない。

試料透過性効果に関して今回施した処理が、試料透過性効果を過大に評価する可能性のあることは、比較的低角のピークに逆畳込の処理の前後で現れる変化を見れば、さらに明確になる。

$\alpha$ -D-Glucose の最低角に現れる 110、020、120 反射を含む強度図形を Fig. 8 に示す。実測のピーク形状は

低角側に長い裾を引く非対称性を示し、位置も PDF 02-063-147 に記載される位置より低角側にずれた位置になる。

逆畳込的处理を施したデータについて、Fig. 8 に示したのと同じ範囲の強度図形を Fig. 9 に示す。

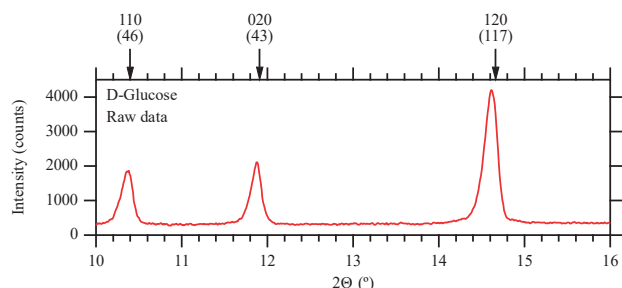


Fig. 8  $\alpha$ -D-Glucose 最低角 3 ピークを含む実測強度図形。上余白の矢印と括弧内の数値は、PDF 02-063-0147 に記載されたピーク位置と強度値を表す。

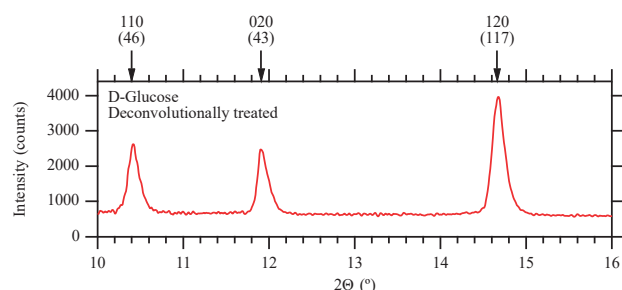


Fig. 9  $\alpha$ -D-Glucose 最低角 3 ピークを含む角度範囲での逆畳込的处理後の強度図形。

Fig. 9 に示す逆畳込的处理後の図形では、ピーク位置については PDF 02-063-147 に記載された位置に近くなっているが、ピーク形状にはむしろ高角側に長めの裾を引く非対称性が表れており、現在の手法では装置収差の影響を正しく処理できていないことが示唆される。単純に試料透過性効果について過大評価をしている可能性もあるが、ビームはみだしの起こる低角領域では、赤道収差の影響について、1 階と 3 階のキュムラントの効果のみをやや強引な手法 (Ida, 2021a) で修整しているので、結果として現れた非対称性が、そのことによる可能性も否定しづらい。

## 7. おわりに

デスクトップ型粉末回折装置 Rigaku MiniFlex 600-C を用いて D-glucose の X 線回折測定を行い、逆畳込的な処理を施して、PDF-4/Organics データベースとの照合を行った。

デスクトップ型粉末回折装置を用いて短時間の測定で得られたデータであっても、最強ピークに対する相対強度が 1% 以下のピークを明確に検出できる場合があった。半導体ストリップ型検出器の連続走査積算により、容易に統計精度の高いデータが得られることから、逆畳込的な処理も比較的良好に機能する。しかし、透過性が

高く、低い回折角に反射が現れる有機化合物試料の場合に、現在の逆畳込的手法とその基盤となる解析理論には、まだ不十分な面があるらしいことも示された。

実測の粉末回折強度とデータベースに記載された強度値とは必ずしもそのまま対応するわけではないが、March-Dollase の一軸配向モデルを導入することで一致度が向上される場合がある。

有機化合物の構造データベースとしての CCDC CSD と ICDD PDF-4/Organics の優劣は明確でない。PDF-4+ の導入された環境であれば、PDF-4/Organics を追加することは検討に値する。ただし、有機化合物の反射リストは大規模になりがちであり、無機化合物の分析とは異なるアプローチも必要となる面がある。

## 参考文献

- Dollase, W. A. (1986). "Correction of intensities for preferred orientation in powder diffractometry: application of the March model," *J. Appl. Crystallogr.* **19**, 267–272. [doi: [10.1107/S0021889886089458](https://doi.org/10.1107/S0021889886089458)]
- Ida, T. (2021a). "Equatorial aberration for powder diffraction data collected by continuous scan of a silicon strip X-ray detector," *Powder Diffr.* **36**, 169–175. [doi: [10.1017/S0885715621000403](https://doi.org/10.1017/S0885715621000403)]
- Ida, T. (2021b). "Continuous series of symmetric peak profile functions determined by standard deviation and kurtosis," *Powder Diffr.* **36**, 222–232. [doi: [10.1017/S0885715621000567](https://doi.org/10.1017/S0885715621000567)]
- Ida, T. & Kimura, K. (1999). "Effect of sample transparency in powder diffractometry with Bragg-Brentano geometry as a convolution," *J. Appl. Crystallogr.* **32**, 982–991. [doi: [10.1107/S0021889899008894](https://doi.org/10.1107/S0021889899008894)]
- Ida, T. & Toraya, H. (2002). "Deconvolution of the instrumental functions in powder X-ray diffractometry," *J. Appl. Crystallogr.* **35**, 58–68. [doi: [10.1107/S0021889801018945](https://doi.org/10.1107/S0021889801018945)]