

赤外顕微鏡による錠剤表面異物の分析

Analysis of Contaminants on the Surface of Tablet by Infrared Microscope

医薬品の中にはいろいろな形状のものがありますが、白色の錠剤薬やカプセルの表面に異物が付着すると非常にわかりやすいものです。異物が目視で確認できる程度の大きさであれば、これらを分析するには赤外顕微鏡が用いられます。異物をかきとることができればより確実に

に測定できますが、かきとれなくても顕微ATR法によって、直接測定できる場合があります。ここでは、顕微ATR法によって錠剤表面の異物を直接測定した例と、かきとって顕微透過法で測定した例をご紹介します。

S. Takeuchi

錠剤表面の異物

Contaminants on Tablet

Fig.1に錠剤表面に付着した異物の拡大写真を示します。褐色で100 μ m程度の異物が付着していることがわかります。100 μ m程度の大きさの異物であれば比較的簡単に顕微ATR法で測定できます。また、100 μ m程度の大きさであればかきとることも可能ですので、その場合は透過法で測定することもできます。

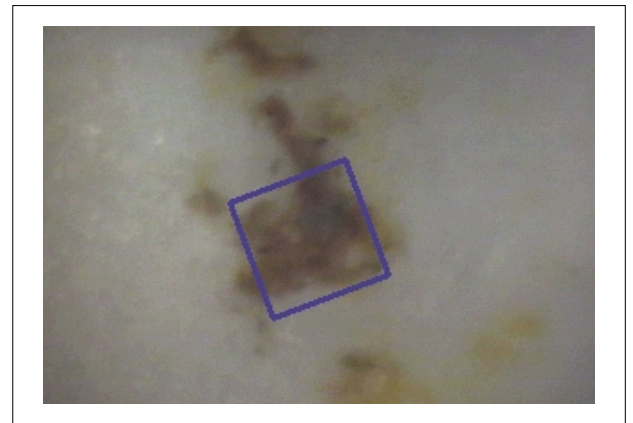


Fig.1 錠剤表面異物の拡大写真
Micrograph of Contaminants on Tablet

顕微ATR法による測定

Measurement by ATR Microscopy

まず、顕微ATR法で測定をするためには、測定対象物が試料表面に露出していることが必要ですが、その異物がATRプリズムに確実に密着できるようにステージ上に水平に固定する必要があります。測定には錠剤を固定するためにマイクロバイスホルダーを用います。Fig.2は、

マイクロバイスホルダーで錠剤を固定したところを示したものです。Fig.3に異物の部分のATRスペクトルを示します。測定結果よりこの異物はPTFE(ポリ四氟化エチレン)であることがわかります。



Fig.2 マイクロバイスホルダー
Micro Vise Holder

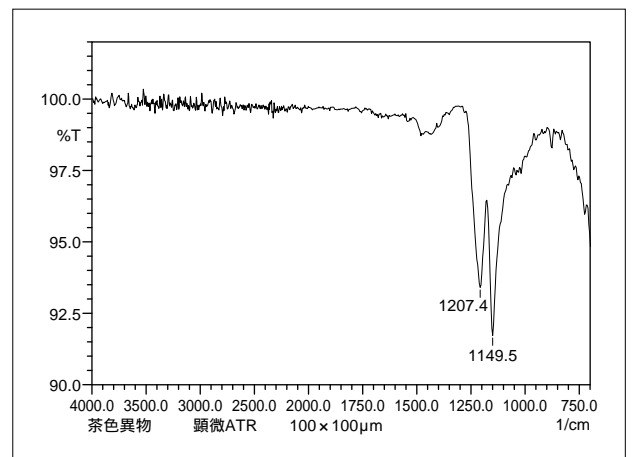


Fig.3 異物の顕微ATRスペクトル
ATR Spectrum of Contaminants

参考のため、正常部についても同様に測定を行いました。

Fig.4はATR対物鏡と試料が軽く触れた状態でのスペクトル、Fig.5はさらに強く押さえた状態でのスペクトルを示しています。Fig.4は炭酸カルシウムのスペクトルで、Fig.5はさらに乳糖のスペクトルが混ざっているものと思われます。プリズムの押え方によって接触状態が変化し、異なる成分を検出しています。これら成分はいずれも正常部に含まれるものと思われます。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Resolution	: 8cm ⁻¹
Accumulation	: 60
Detector	: MCT

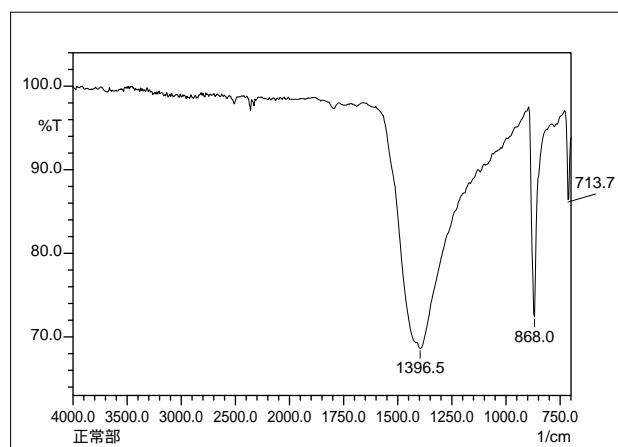


Fig.4 正常部の顕微ATRスペクトル
ATR Spectrum of Normal Position

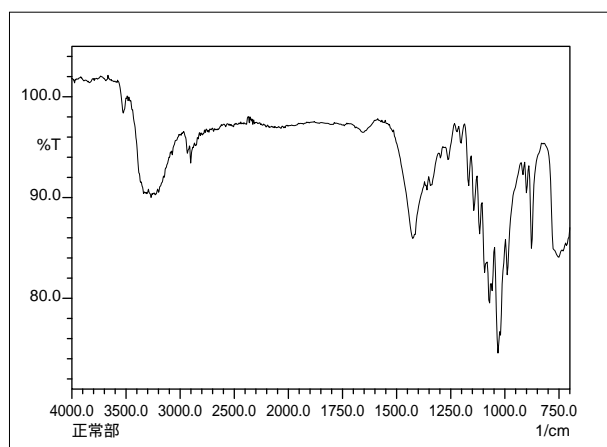


Fig.5 正常部の顕微ATRスペクトル
ATR Spectrum of Normal Position

顕微透過法による測定

Measurement by Transmission Microscopy

同じ異物をかき取って、ダイヤモンドセルで押しつぶした後、顕微透過法で測定を行いました。かきとった異物の写真をFig.6に、測定結果をFig.7に示しました。1200cm⁻¹付近のPTFEの吸収以外に、炭酸カルシウムや乳糖のものと思われる吸収も確認できます。

今回の測定においては、顕微ATR法において異物単独のスペクトルが得られましたが、試料によっては逆のケースもあると考えられます。いずれにしても、正常部のスペクトルとの比較をすれば、異物を定性することができます。

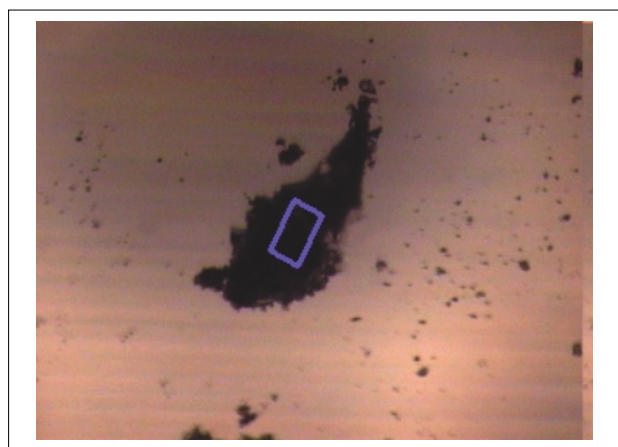


Fig.6 かきとった異物の拡大写真
Micrograph of Removed Contaminants

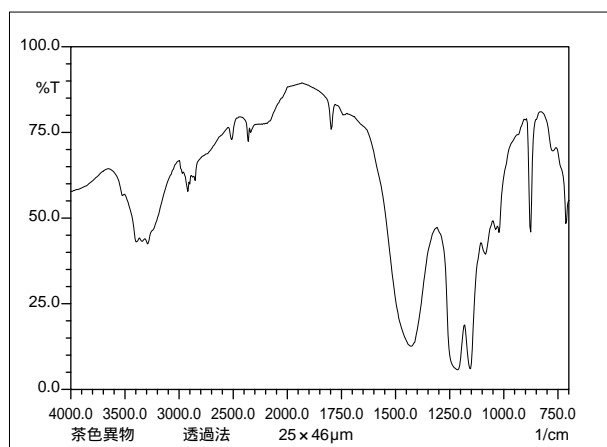


Fig.7 異物の顕微透過スペクトル
Transmission Spectrum of Contaminants

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

いろいろな分析アプリケーションニュース類は
<http://www.an.shimadzu.co.jp/support/support.htm>
でご覧いただけます。

会員情報提供サービス「Shim-Solution Club」にご登録下さい。
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>
いろいろな情報提供サービスが受けられます。

3100-10216-17A-1K
2002.10