

顕微ラマンによる錠剤コーティング層の分析

Analysis of Coating Layer of Tablet by Micro-Raman Spectroscopy

錠剤の種類によっては表面にコーティング層があり、さらに内部も層構造を持ったものがあります。層構造の確認を行なう場合、顕微FTIRと同様あるいはそれ以上に顕微ラマンが有効な手法となります。コーティング剤は大きく分けて有機物と無機物の場合があります。無機物

の代表的なコーティング剤は酸化チタンで、この物質はラマン散乱が非常に強い物質です。ここでは、酸化チタンでコーティングされた錠剤の断面をマイクロトームで切り出してコーティング層を分析した例をご紹介します。

S.Takeuchi

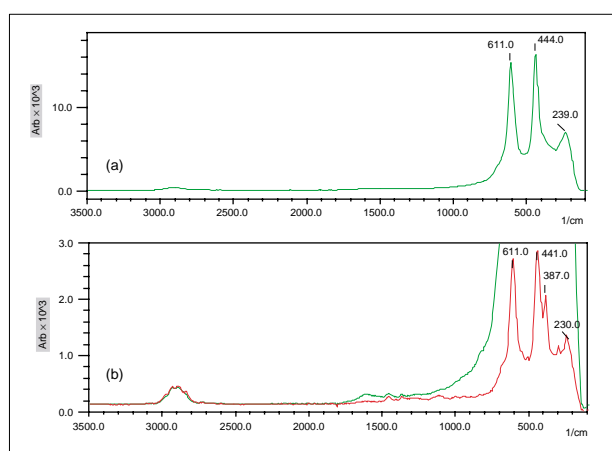
実験

Experiments

測定はKaiser社のラマン分光光度計Series5000（レーザー：532nm，顕微鏡：Olympus BX60）を用いました。試料としては、市販の錠剤（下痢止め薬）を用い、マイクロトームで断面を切り出したのち、切断面が水平になるように顕微鏡のステージに固定しました。断面を観察したところ、厚さ約50 μm のコーティング層の中に数 μm 程度の白い部分が観察されたので（Fig.1参照）、その部分を中心にマッピング測定を行ないました。マッピングの条件はTable.1に示したとおりです。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Laser	: 532nm
Exposure Time	: 20 sec
Accumulation	: 1
Magnification	: $\times 50$
Datapoints	: $13 \times 11 = 143$

Fig.1 錠剤断面の拡大写真
Sectional Micrograph of TabletFig.2 コーティング層のラマンスペクトル (a) 白色部, (b) 正常部
Raman Spectra of Coating Layer (a) white part, (b) normal part

コーティング層断面のマッピング測定

Mapping of Coating Layer

コーティング層のラマンスペクトルをFig.2に示しました。(a)が白色部,(b)が正常部のスペクトルです。これより白色部のスペクトルには正常部に見られる 387cm^{-1} のピークがないことがわかります。Fig.3はこのピークを含む $406 \sim 355\text{cm}^{-1}$ の領域のピーク面積を縦軸にとって3D表示で示した結果です。白色部分には該当するピークがないため

陥没した状態で表示されています。また, Fig.4は $890 \sim 520\text{cm}^{-1}$ のピーク面積でマッピングを行なった結果です。どちらにも共通なピークですが白色部においてピーク強度が数倍強いので、白色部分が浮き上がって表示されています。

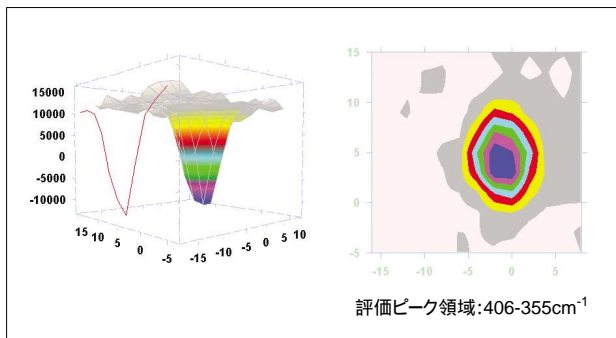


Fig.3 マッピング結果の3D表示(評価ピーク:406 ~ 355 cm^{-1})
3D Display of Mapping (Calculation at 406~355 cm^{-1})

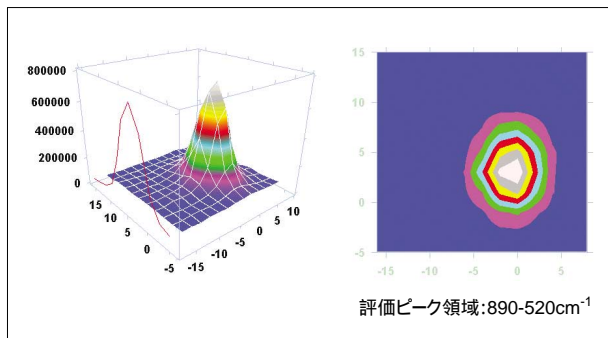


Fig.4 マッピング結果の3D表示(評価ピーク:890 ~ 520 cm^{-1})
3D Display of Mapping (Calculation at 890~520 cm^{-1})

酸化チタンのラマンスペクトル

Raman Spectra of Titanium Oxide

工業的に利用されている酸化チタンには、結晶構造の違いによりルチル (Rutile) とアナターゼ (Anatase) の2種類があります。それぞれのスペクトルはFig.5に示したとおりです。これよりFig.2で示した白色部のスペクトルはルチルのものとよく一致していることがわかります。

Fig.5のスペクトルは産業技術総合研究所公開データベース (<http://www.aist.go.jp/RIODB/rasmin/>)より引用したものです。

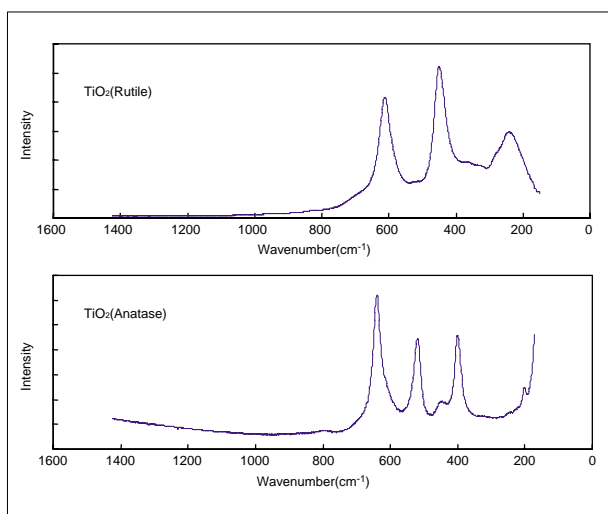


Fig.5 酸化チタンのラマンスペクトル
Raman Spectra of Titanium Oxide

蛍光X線分析およびX線回折による コーティング層の分析

XRF and XRD Analysis of Coating Layer

白色部がTiO₂ (ルチル) であることはラマンスペクトルからわかりましたが、正常部に現れた387 cm^{-1} のピークがラマンスペクトルから判明しないため、蛍光X線分析を行いました。使用した装置は島津製μEDX-1200で、測定スポットを50 μmまで絞れる装置です。その結果Fig.6のようにコーティング層からはFeが検出されました。さらにX線回折装置を用いてコーティング表面を分析した結果、TiO₂ (ルチル) とFe₂O₃であることがわかりました。これより、Fig.2の正常部に現れた387 cm^{-1} のピークはFe₂O₃によるものであると推測されます。

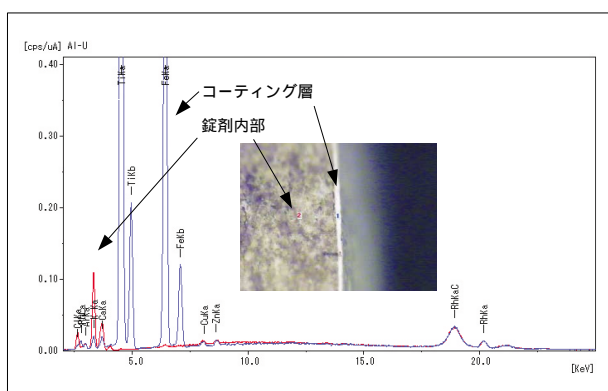


Fig.6 蛍光X線分析の結果(赤線:錠剤内部 青線:コーティング層)
Result of XRF Analysis(red line:inner part, blue line:coating layer)

 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

<http://www.an.shimadzu.co.jp>

会員制情報提供サービス「Shim-Solutions 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。

3100-10401-16A-IK
2004.10