

# Application News

## No. X272

### X線分析

## 錠剤の蛍光 X線分析

錠剤には劣化防止、味・においのマスキング、溶出するタイミングの調整などを目的として、表面にコーティングが施されたタイプのものがあります。図1に錠剤コーティングの例を示します。医薬品中の元素の分析法としては誘導結合プラズマ発光分光分析法（ICP-AES）および誘導結合プラズマ質量分析法（ICP-MS）が一般的ですが、錠剤全体を粉碎および溶解すると、コーティング由来の元素かそうでないかの区別が難しくなります。

蛍光 X線分析は錠剤を粉碎せずにそのまま分析することが可能です。錠剤を粉碎した場合とそのまま分析した場合の比較から、コーティングのように偏在する元素を簡便に分析する事例をご紹介します。

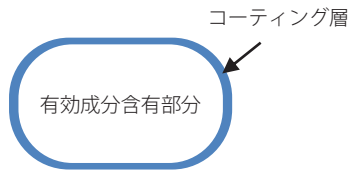


図1 錠剤コーティング構造の例

S. Ueno

### 試料

錠剤（市販の風邪薬） 1種類

### 元素

${}^6\text{C}-{}_{92}\text{U}$ ：全元素定性定量分析

### 前処理

1. 錠剤表面  
前処理を行わず、そのまま表面を分析しました。
2. 錠剤断面  
錠剤を切断し、断面を分析しました。
3. 粉碎粉末  
粉碎にはメノウ製乳鉢を用い、5  $\mu\text{m}$  ポリプロピレンフィルムを張った試料容器に深さ 10 mm 以上となるよう軽く押し固めながら充填しました。

### 試料セッティング

錠剤表面および断面分析時は、試料設置部に貼ったポリプロピレンフィルム上に置きました。図2に装置セッティング状態を、図3に分析時カメラ画像を示します。

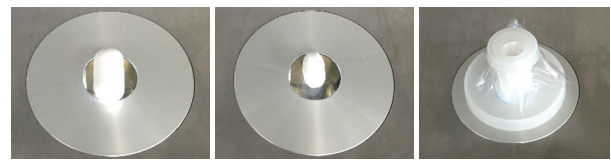


図2 セッティング状態

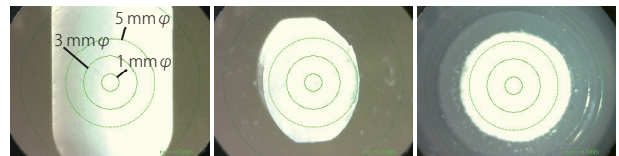


図3 分析時カメラ画像

### 定性定量分析

錠剤表面、断面、粉碎粉末について、 ${}^6\text{C}-{}_{92}\text{U}$  全元素定性定量分析を行いました。測定条件設定においてバランス自動設定機能注\*1（図4）を設定しました。

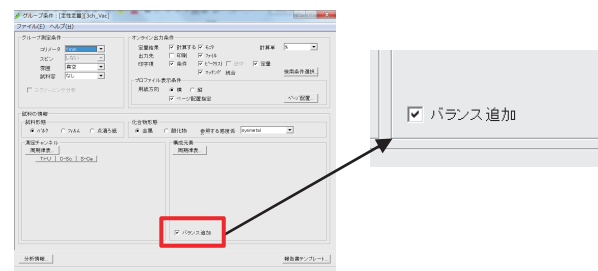


図4 バランス自動設定機能：条件設定画面

#### \*1 バランス自動設定機能

主成分がC,H,Oなどの場合、FP法ではバランス<sup>1)</sup>（残分）設定が必要です。バランス自動設定機能を設定することで、プロファイル形状からバランス設定が必要と判断された場合はソフトウェアが自動でバランス設定を行います。形状・厚さ・密度などの相違を一定程度補償でき、異形・小径・少量試料分析の場合にも有効です。

#### 1. 定性分析結果

錠剤表面、断面、粉碎粉末の結果の重ね合わせを図5に示します。表面からはTiが、断面からはPおよびClが相対的に強く検出されており、Tiはコーティング由来、PおよびClは有効成分由来であることが分かります。粉末は断面と同等の結果となりました。

図6に錠剤断面のレーザー顕微鏡観察画像を示します。錠剤表面に45  $\mu\text{m}$ 程度の厚みのコーティングが施されているのが分かります。

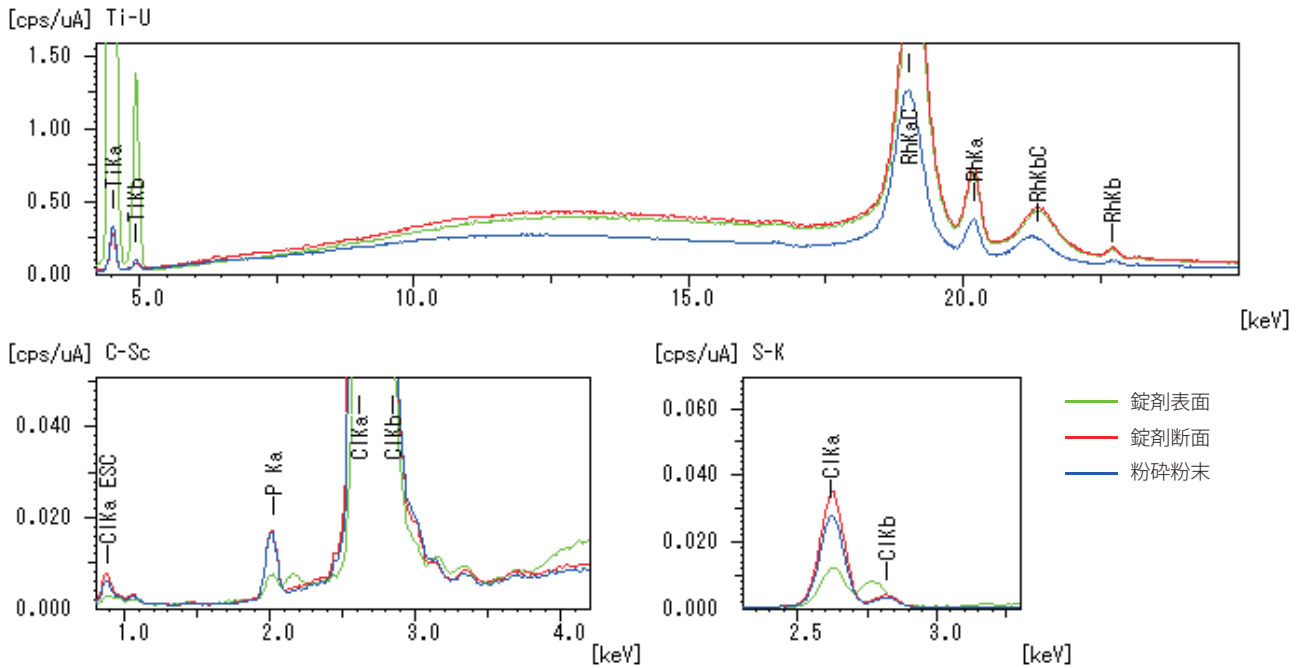


図5  $\epsilon$ -C<sub>92</sub>U 定性分析結果の重ね合わせ

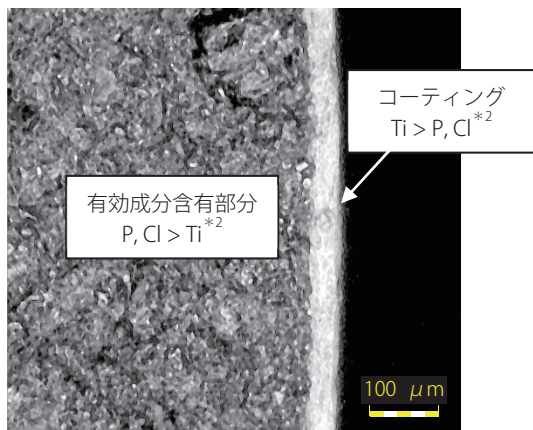


図6 錠剤断面のレーザー顕微鏡観察画像  
(装置：3D 測定レーザー顕微鏡 OLS)

\*2 P, Cl, Ti の大小関係は、定量分析結果を反映したものです。

## 2. 定量分析結果

FP 法による定量分析結果を表 1 に示します。定量値は測定箇所により異なります。錠剤 1 錠あたりの平均組成を得る場合には錠剤を粉砕して均一化する必要があります。

表 1 定量分析結果

試料	P	Cl	Ti	バランス*3
錠剤表面	0.031	0.51	2.69	96.77
錠剤断面	0.093	1.68	0.073	98.16
粉砕粉末	0.11	1.48	0.10	98.31

\*3 バランス

定量分析結果表示例を図 7 に示します。バランス自動設定により、バランスは樹脂と表示されます。

分析対象	分析結果	[3σ]	処理計算
Ti	2.693 %	[ 0.009]	定量-FP
Cl	0.506 %	[ 0.013]	定量-FP
P	0.031 %	[ 0.002]	定量-FP
樹脂	96.770 %	[-----]	A <sup>2</sup> ラズ

図7 定量分析結果表示例：錠剤表面

## ■ まとめ・蛍光 X 線分析の利点

試料を粉砕した場合、コーティング層と内部の有効成分含有部分が全て混合されるため、元素の偏在箇所の特定が難しくなります。ICP-AES などでコーティング層の分析を行いたい場合は錠剤の外側を削り取る作業が必要となり、前処理が非常に煩雑になってしまいます。

一方、蛍光 X 線分析では錠剤を粉砕せずにそのまま分析することが可能であるため、煩雑な前処理なしに偏在する元素の分析が可能であることが確認できました。

表 2 測定条件

EDX	
装置	: EDX-8000/ (7000)
分析法	: FP 法
検出器/X線管球	: SDD/Rh ターゲット
管電圧-電流	: 50 [kV]-Auto [μA]
コリメータ/1次フィルタ	: 3 [mmφ]/#2
測定雰囲気	: 真空
積分時間/デッドタイム	: 100[秒]/最大 30 [%]

<参考文献>

1) 島津アプリケーションニュース No. X255