

## 錠剤表面着色成分の分析

## Analysis of Colored Components on the Surface of Tablet

錠剤表面の異物として検出されるものには、樹脂片や繊維くずのように形のあるものが表面に付着している場合の他に表面が変色している場合もあります。以前のア

プリケーションニュース (No.A339) では付着異物を顕微ATR法で分析した例をご紹介しましたが、ここでは、着色成分の分析を行なった例をご紹介します。

S.Takeuchi, S.Murakami

## 錠剤表面の着色

Colored Components on Tablet

錠剤表面の変色の原因としては、錠剤成分自体が変色する場合と着色成分の混入による場合が想定されます。今回分析対象とした表面の一部が黄色に着色した錠剤の写真をFig.1に示しました。着色部は錠剤に染み込んでるように見えます。また表面の状態が凹凸になっているため、密着が必要な顕微ATR法で直接測定するのは難しくなります。そこで今回は前処理として着色部をかき取って、一回反射ATR法と顕微透過法の両手法で分析を行いました。



Fig.1 錠剤表面異物の実写真  
Photograph of Contaminants on Tablet

## 一回反射ATR法による測定

Measurement by Single Reflection ATR

着色部と正常部をそれぞれかき取って、一回反射ATR付属装置 (MIRacle) を用いて測定を行いました。測定条件はTable 1に示したとおりです。得られた着色部と正常部のスペクトルの重ね書きをFig.2に示しました (赤線が着色部、青線が正常部のスペクトルです)。かき取った着色部は微量のため、そのスペクトルは正常部と比較するとかなり小さくなります。そのため、Fig.2では両者のピーク強度をほぼそろえて表示しています。これによると、着色部のスペクトルに正常部のスペクトルが重なっていることが分かります。このような場合には両スペクトルの差スペクトルを計算する必要があります。

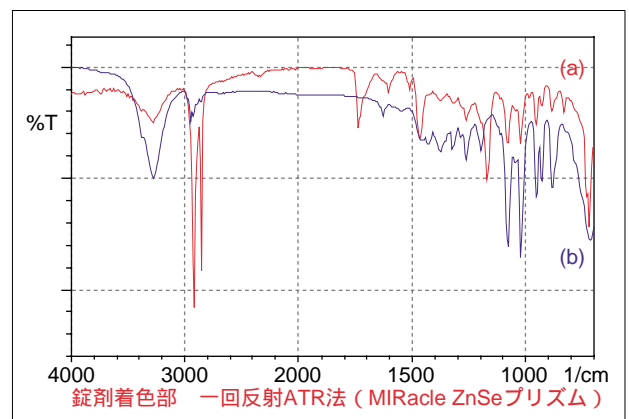


Fig.2 一回反射ATR法による錠剤着色部 (a) と正常部 (b) のスペクトル  
Spectra of Contaminant (a) and Normal Part (b) on Tablet by Single Reflection ATR

Table 1 測定条件  
Analytical Conditions

Resolution	: 4cm <sup>-1</sup>
Accumulation	: 60
Detector	: DLATGS

その両スペクトルの差スペクトルをFig.3に示しました。

また、得られたFig.3についてスペクトル検索を行なった結果をFig.4に示しました。この結果より、錠剤の着色成分はカルナバワックスであると推測されます。カルナバワックスとは口紅、ファンデーション、食品添加剤など幅広く使用されている天然ワックスです。

今回のように、着色部をかき取る場合、正常部の混入を避けるのは通常困難です。また、一回反射ATR法では、プリズム上のサンプルの平均的なスペクトルが得られるため、着色成分と正常部のスペクトルが重なりあいます。しかし、紹介したように、正常部の吸収を差スペクトル処理で取り除くことによって、着色成分のスペクトルを求めることができます。

## 赤外顕微透過法による測定

Measurement by Transmission Microscopy

同じ異物をかき取って、ダイヤモンドセル上で薄く延ばした後に赤外顕微透過法でスペクトル測定を行ないました。測定条件はTable 2に示しました。ダイヤモンドセル上で薄く押しつぶした後の着色成分の拡大写真をFig.5に示します。測定した領域は30×30ミクロンで、得られたスペクトルをFig.6に示しました。先の一回反射ATR法（Fig.2）とは異なり、正常部のスペクトルが着色部のスペクトルに重なっていないことがわかります。顕微鏡測定においても正常部と着色部のスペクトルが重なりあうことはよくありますが、今回の結果においては差スペクトル処理の必要もなく、着色部のみのスペクトルが得られました。



Fig.5 かき取った異物の拡大写真  
Micrograph of Removed Contaminants

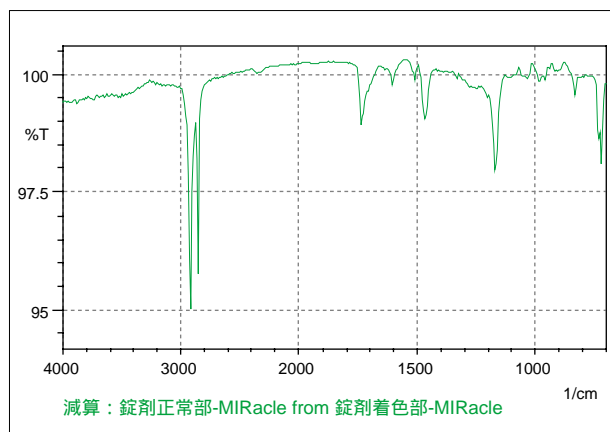


Fig.3 錠剤表面着色部と正常部の差スペクトル  
Subtraction Spectrum

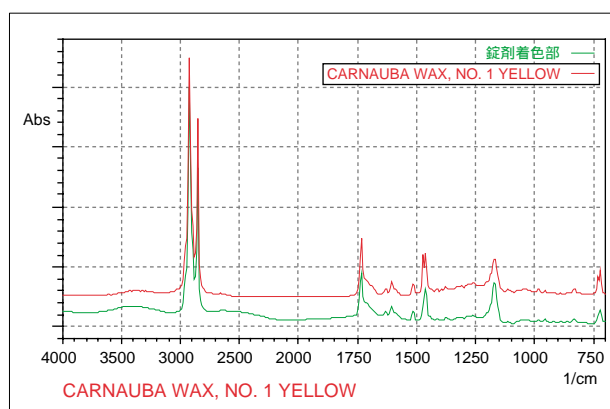


Fig.4 検索結果  
Search Result of Fig.3

Table 2 測定条件  
Analytical Conditions

Resolution	: 8cm <sup>-1</sup>
Accumulation	: 60
Detector	: MCT

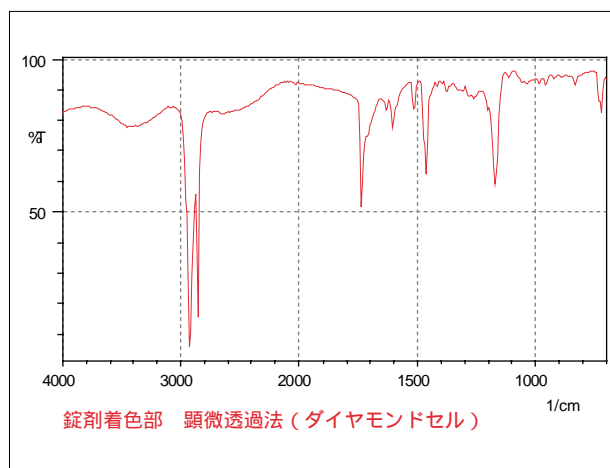


Fig.6 赤外顕微透過法による錠剤着色部のスペクトル  
Spectrum of Contaminants on Tablet by Transmission Microscopy