

Application News

No. A549

光吸収分析

IRSpirit による錠剤表面の異物分析

この度、当社より発売した IRSpirit は、クラス最高の SN 比と最高分解能を兼ね揃えたコンパクトな FTIR です（図 1）。本体サイズは 390 (W) × 250 (D) × 210 (H) mm と A3 サイズ以下で、間口の狭い場所でも設置できるように、2 面からのアクセスを可能にしたユニークなデザインを採用しました。また、液体セルや KBr 錠剤といった透過測定用の付属品はもちろん、1 回反射型 ATR 装置や拡散反射測定装置などの既存付属品や市販付属品をそのままお使いいただける特長もあります。

また、IRSpirit シリーズの装置制御・データ解析を行うソフトウェア LabSolutions IR には、確認試験、異物解析、定量分析、膜厚測定 of 4 種類の測定、解析を簡便に行うことができる専用プログラム (IRPilot) があります。これは、画面の指示に従って操作するだけで、正しい手順で、測定から解析、印刷までを行うことができる機能です。23 通りの専用プログラムを標準装備しており、よく使うプログラムについては、メインメニューに 4 つまで登録することができます。

ここでは、IRSpirit による錠剤表面上の異物分析についてご紹介します。

R. Fuji



図 1 小型 FTIR IRSpirit の外観

■ 錠剤表面の異物分析

医薬品の中にはいろいろな形状のものがありますが、特に白色の錠剤薬やカプセルの表面に異物が付着すると視認されやすくなります。異物が目視で確認できる程度の大きさであれば、本稿でご紹介する IRSpirit に専用の ATR 付属品を備えたシステムにより分析することができます。前処理として異物をかきとることができれば、錠剤由来の成分と分離することができ、より確実に測定できますが、かきとれない場合も ATR 法によって直接測定できることがあります。ここでは、ATR 法によって錠剤表面の異物を直接測定した例と、異物をかきとって測定した例をご紹介します。

■ 錠剤表面の異物

図 2 に錠剤表面に付着した異物（模擬試料）の写真を示します。赤枠で示した箇所が異物です。大きさが約 1.2 mm で黄色の異物が表面に露出した状態で存在しています。ATR 法を用いた場合、1 mm 程度の大きさの異物であれば比較的簡単にデータを取得できます。また、前処理として異物をかきとることができる場合は、異物のみを直接分析することが可能です。



図 2 錠剤表面に付着した異物の写真

■ ATR 法による測定

図 3 に IRSpirit に ATR 測定装置を付属させた分析システムを示します。FTIR による各種の測定法の中でも、ATR 法 (Attenuated Total Reflection、全反射吸収法) は、ダイヤモンドやゲルマニウムのプリズムに試料を密着させるだけで赤外スペクトルが得られるため、固体、液体の分析に広く用いられる手法です。表 1 に測定条件を示します。



図 3 分析システム

表 1 測定条件

装置	: IRSpirit-L (KBr 窓板)、 QATR-S (広帯域ダイヤモンドディスク)
分解能	: 4 cm ⁻¹
積算回数	: 45
アポダイズ関数	: Sqr-Triangle
検出器	: LiTaO ₃

図 4 に錠剤表面上の異物の赤外スペクトルと検索結果を示します。測定結果より、アセチルサリチル酸とアセトアミノフェンの混合物であることがわかりました。

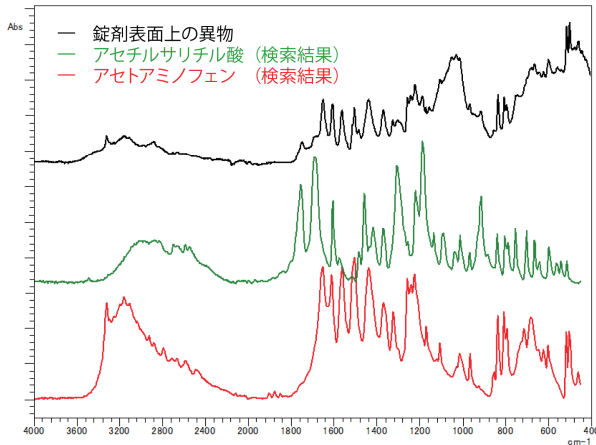


図 4 錠剤表面上の異物の赤外スペクトルと検索結果

次に、異物をかきとって測定を行いました。また参考のため、錠剤の正常部についても同様に測定を行いました。図 5 にかきとった異物の赤外スペクトルと検索結果を、図 6 に正常部の赤外スペクトルと検索結果を示します。異物からはアセトアミノフェン、正常部からはアセチルサリチル酸の吸収ピークが得られました。

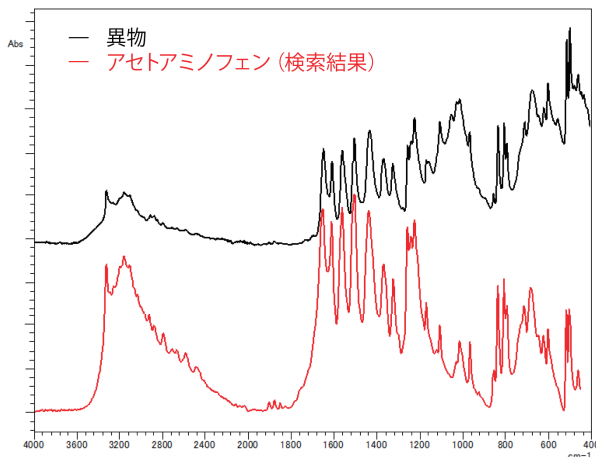


図 5 かきとった異物の赤外スペクトルと検索結果

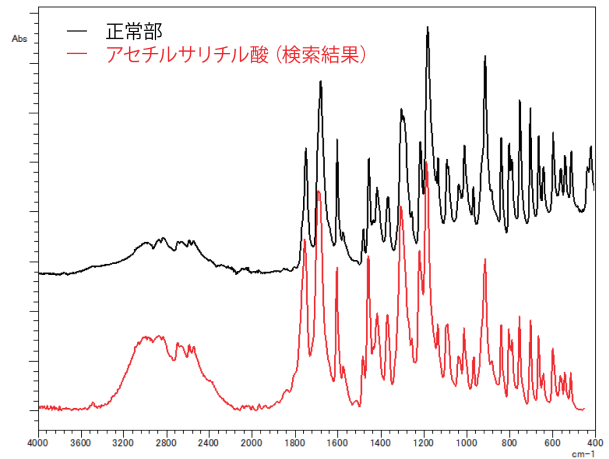


図 6 正常部の赤外スペクトルと検索結果

■ まとめ

IRSpirit に ATR 測定装置を付属させた分析システムにより、錠剤表面の異物を分析することができました。今回分析した試料は異物が錠剤の表面に付着していたため、直接測定では異物成分に正常成分が混在した結果となりました。

一方、異物をかき取って分析した場合には、異物由来の成分のみを検出することができました。ただし、異物サイズが小さい場合には、異物かき取りの際に正常成分もかき取ってしまうことがあるため、常に正常成分を分析して確認することをお勧めします。