

● 医薬品混入異物の定性分析（その1）

TN328

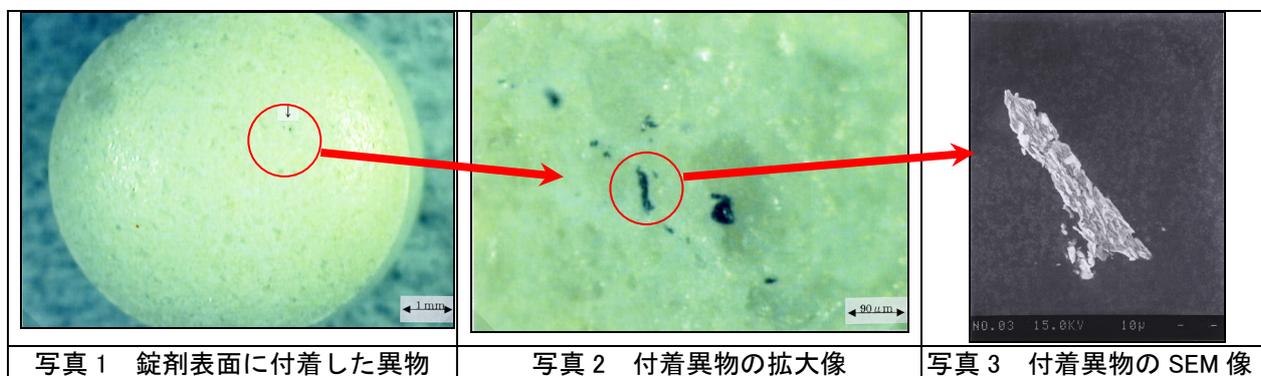
Identification of foreign substances in drugs

[概要]

医薬品等の品質管理において異物の付着や混入を防止することは非常に重要ですが、異物が確認された場合には、製品回収につながる恐れもあることから、速やかな原因解析が求められます。ここでは、医薬品中に混入した異物の定性分析事例について紹介します。

[事例 1] 錠剤表面に付着した黒色異物の分析

錠剤表面に認められた黒点状の微小異物を、実体顕微鏡観察、EPMAによるSEM観察ならびに元素分析により解析しました。



【ステップ1：実体顕微鏡観察】

黒点部分の観察を行ったところ、やや金属光沢を有する数個の破片状物質が付着しているように見受けられました（写真1、写真2）。

【ステップ2：サンプリング】

異物を実体顕微鏡下で採取しました。

【ステップ3：EPMAによるSEM観察】

異物をEPMA内蔵のSEMで観察したところ、無蒸着のままで良好に観察され、剥離片のような痕跡が認められました（写真3）。

【ステップ4：EPMAによる元素分析】

異物の元素組成（概略）を把握するために、EPMA元素分析を行いました。その結果、大量の鉄、多量のクロム、ニッケルに加えて、少量のモリブデンが検出されました（図1）。

【まとめ】

概略の元素存在比率より、SUS316系部材由来の金属片が付着した可能性が考えられました。

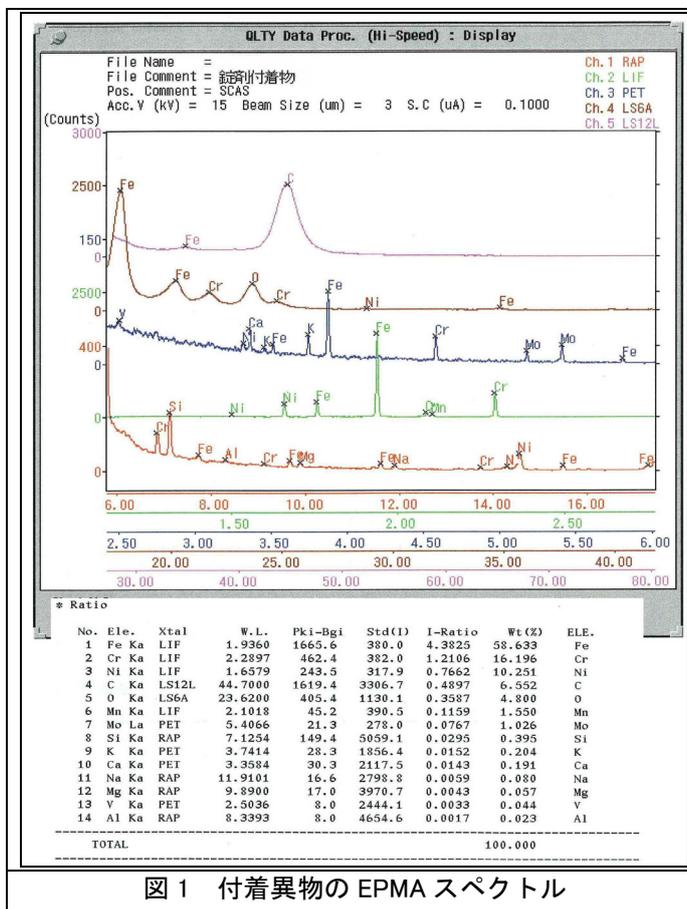


図1 付着異物のEPMAスペクトル

[事 例 2] 錠剤表面のシミ状異物の分析

錠剤表面に認められたシミ状異物を、実体顕微鏡観察および顕微 FT-IR により解析しました。

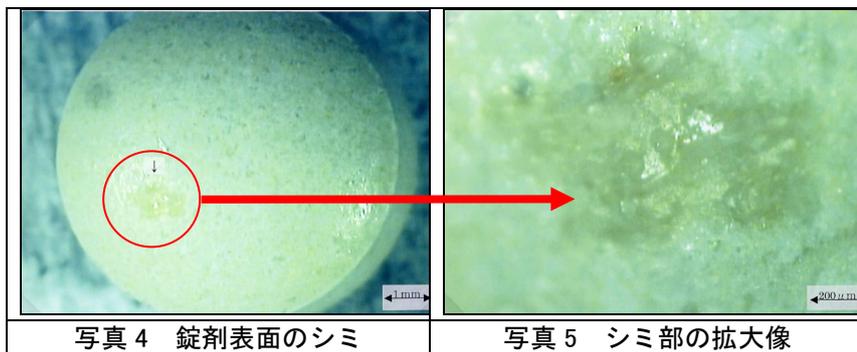


写真4 錠剤表面のシミ

写真5 シミ部の拡大像

【ステップ1：実体顕微鏡観察】

シミ部は、約 1mm の範囲にわたってオイル状物質が付着し、染み込んだような外観であることが観察されました（写真4、写真5）。

【ステップ2：サンプリング】

錠剤表面の正常部及びシミ部を金属製治具にて採取しました。

【ステップ3：顕微 FT-IR 分析】

正常部及びシミ部の採取物について、顕微 FT-IR 分析を行いました。

その結果、シミ部のスペクトル（図3）では、正常部のスペクトル（図2）と比較して、 1260 cm^{-1} 付近、及び 800 cm^{-1} 付近に差異が確認されました。

そこで、両者の差スペクトル（図4）を求め、赤外スペクトルデータベースの検索を行ったところ、シリコンオイル（図5）などのポリシロキサン系化合物のスペクトルに類似していることが判明しました。

【まとめ】

錠剤表面のシミ状異物は、シリコンオイルなどのポリシロキサン系化合物が付着したものであると考えられました。

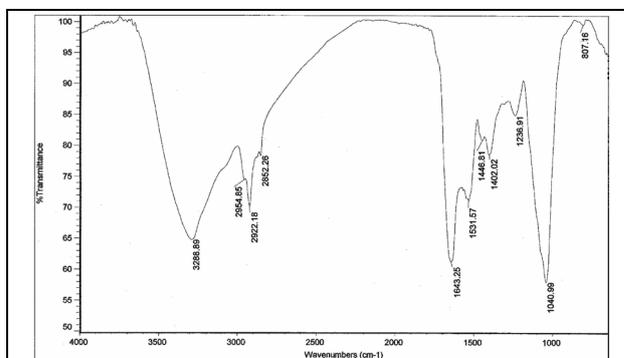


図2 錠剤正常部の FT-IR スペクトル

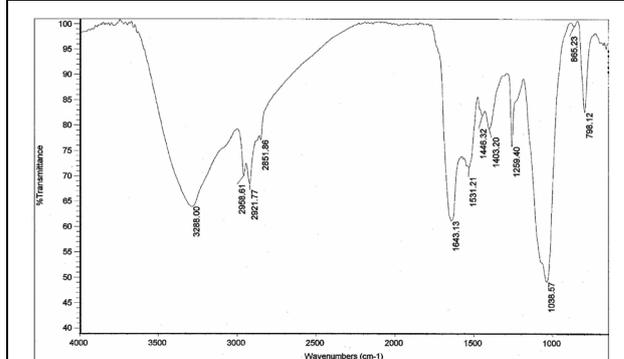


図3 錠剤シミ部の FT-IR スペクトル

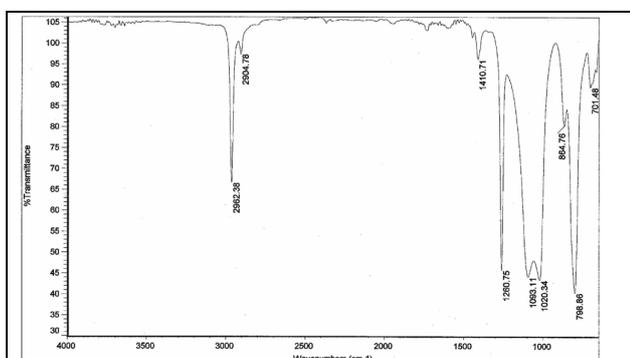


図5 シリコンオイルの FT-IR スペクトル例

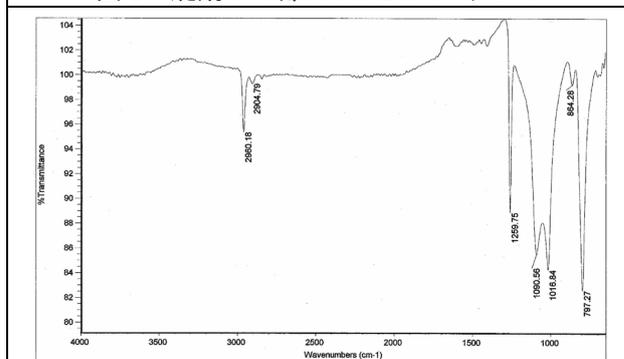


図4 錠剤正常部とシミ部の差スペクトル