

Application

News

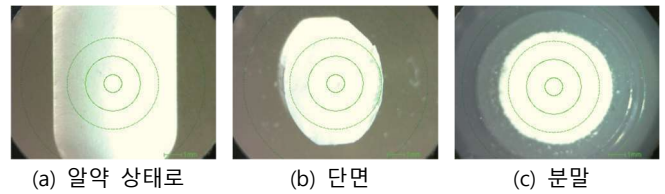
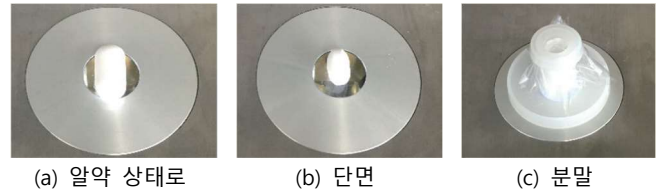
No.X272K

X선 분석

알약 형광X선 분석

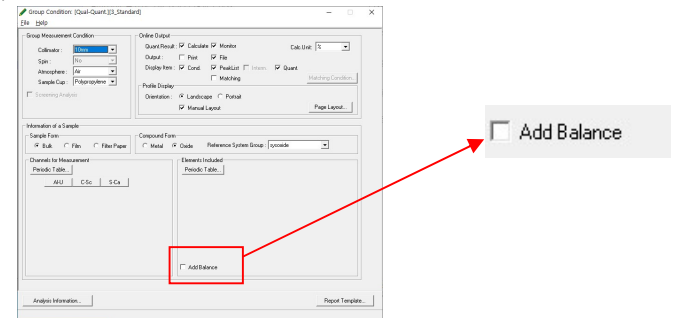
알약 중에는 열화방지, 맛·냄새 차단, 용출 타이밍조정 등의 목적으로 표면을 코팅하는 것이 있습니다. 그림1에 코팅된 알약의 예를 나타냈습니다. 의약품내 원소분석법으로는 유도결합 플라즈마 발광 분광법(ICP-AES) 및 유도결합 플라즈마 질량분석법(ICP-MS)이 일반적이지만, 알약 전체를 분쇄 및 용해하면, 코팅층 유래의 원소가 어떤 것인지 구별하기가 어려워집니다.

형광X선분석은 알약을 분쇄하지 않고 그대로 분석할 수 있습니다. 알약을 분쇄한 경우와 그대로 분석한 경우의 비교로, 코팅층과 같이 편재되어있는 원소를 간편하게 분석한 사례를 소개합니다.



정성/정량분석

알약 표면, 단면, 분쇄분말에 대해서 ${}^6\text{C}\sim{}^{92}\text{U}$ 전원소 정성/정량 분석을 실시했습니다. 측정조건설정에 있어서 밸런스설정기능*(그림 4)을 설정했습니다.



*1 밸런스설정 기능

주성분이 C, H, O 등인 경우, FP법에서는 밸런스*(남은 양)설정이 필요합니다. 밸런스설정기능을 설정함으로써, 프로파일 형상을 근거로 밸런스 설정이 필요하다고 판단되는 경우에는 소프트웨어에서 자동으로 밸런스 설정을 실시합니다. 형상·두께·밀도 등의 차이를 일정 정도 보상할 수 있으며, 이형·소형·소량 시료를 분석하는 경우에도 유효합니다.

1. 정성분석결과

알약 표면, 단면, 분쇄분말의 스펙트럼을 Overlay한 결과를 그림 5에 나타냈습니다. 표면에서는 Ti가, 단면에서는 P 및 Cl이 상대적으로 강하게 검출되었으며, Ti는 코팅층 유래, P 및 Cl은 유효성분 유래라는 것을 알 수 있습니다. 분말은 단면과 비슷한 결과를 얻었습니다.

그림6에 알약 단면의 레이저현미경 이미지를 나타냈습니다. 알약 표면에 45 μm 정도의 두께로 코팅되어 있는 것을 알 수 있습니다.

■ 시료

알약 (시판 감기약) 1종류

■ 원소

${}^6\text{C}\sim{}^{92}\text{U}$: 전체원소 정성/정량분석

■ 전처리

1. 알약 표면
전처리하지 않고 그대로 표면을 분석했습니다.
2. 알약 단면
알약을 절단해, 단면을 분석했습니다.
3. 분쇄분말
분쇄는 막자사발을 이용하였고 5 μm 폴리프로필렌 필름을 간 시료용기에 깊이 10mm 이상이 되도록 가볍게 눌러서 충전했습니다.

■ 샘플 셋팅

알약 표면 및 단면분석시에는 장비에 폴리프로필렌필름을 부착하고 그 위에 샘플을 두었습니다. 그림2에 장비 셋팅 상태를, 그림 3에 분석시 카메라 이미지를 나타냈습니다.

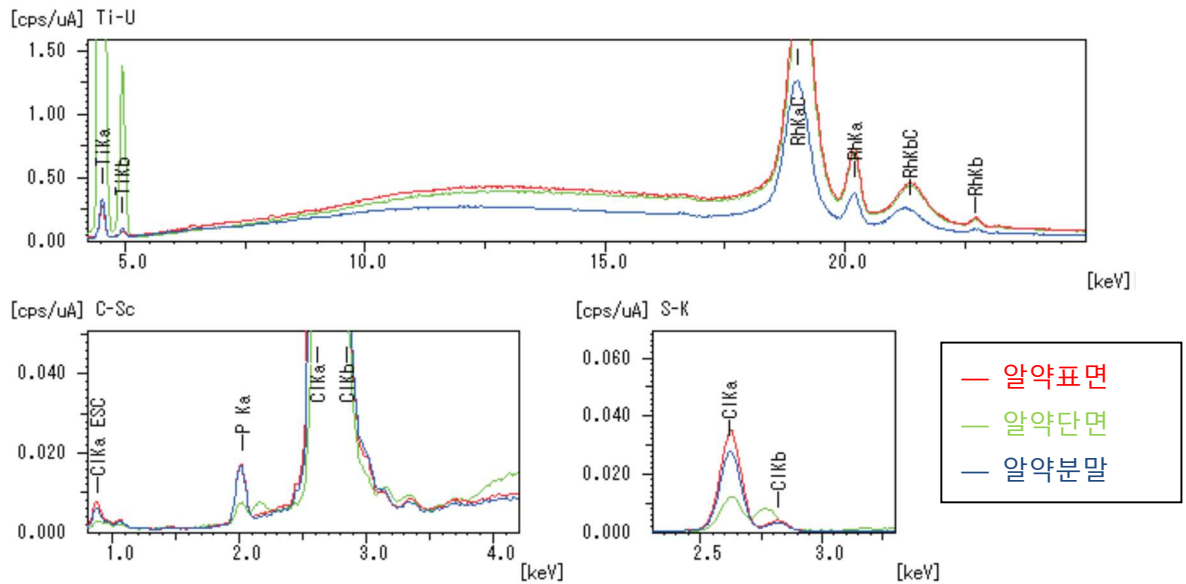


그림5 6C~92U 정성분석결과 Overlay

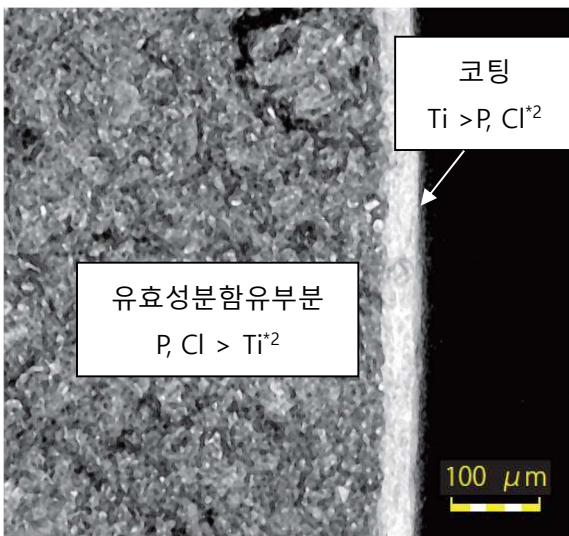


그림6 알약단면 레이저현미경 관찰 이미지

*2 P, Cl, Ti의 대소 관계는 정량분석결과를 반영한 것입니다.

2. 정량분석결과

FP법을 통한 정량분석결과를 표1에 나타냅니다. 정량값은 측정위치에 따라 다릅니다. 알약 한 알 당의 평균조성을 얻는 경우에는 알약을 분쇄해서 균일화할 필요가 있습니다.

표1 정량분석결과

	[wt%]			
시료	P	Cl	Ti	밸런스*3
알약표면	0.031	0.51	2.69	96.77
알약단면	0.093	1.68	0.073	98.16
분쇄분말	0.11	1.48	0.10	98.31

*3 밸런스

정량분석결과표시 예를 그림7에 나타냅니다. 밸런스설정에 의해서 밸런스는 수치로 표시됩니다.

표1 평가시료와 구조식

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 %	[-----]	バランス

그림7 정량분석결과표시 예 : 알약표면

정리 · 형광X선분석의 이점

시료를 분쇄한 경우, 코팅층과 내부 유효성분 함유부분이 모두 혼합되기 때문에, 원소 편재위치를 특정하기가 어려워집니다. ICP-AES 등으로 코팅층 분석을 하고자 하는 경우에는 알약 표면만을 별도로 채취할 필요가 있으며, 전처리가 매우 번잡합니다.

반면, 형광X선분석은 알약을 분쇄하지 않고 그대로 분석할 수 있으므로, 번잡한 전처리없이 편재된 원소를 분석할 수 있다는 것을 확인할 수 있었습니다.

표2 측정조건

장비	: EDX-8000/(7000)
분석법	: FP법
검출기/X-ray tube	: SDD / Rh 타겟
X-ray tube	: Rh 타겟
전압 - 전류	: 50[kV] - 자동[μA]
콜리메이터/1차 필터	: 3[mmφ] / #2
분위기	: 진공
적분시간/데드타임	: 100[초] / 최대 30[%]

<참고문헌>

1) 시마즈어플리케이션뉴스 No.X255