

岛津 EDX 和 FTIR 鉴别药品异物

FTIREDX-008

摘要：对原料药生产过程中发现的两种异物，使用 EDX 和 FTIR 进行了成分分析。为了追查异物来源，在生产环节中找到一些可能来源物，将其和异物成分进行匹配，鉴定异物的来源。

关键词：药品 异物 能量色散型 X 射线荧光分析仪 (EDX) 红外光谱仪 (FTIR)

固体冲剂药物的生产中连续发现两块异物，类似塑胶材料。为了追查异物引入的原因，按照异物的颜色和性状在生产线上排查，找到了可能的来源物。为了确认异物是否由该处引入，使用岛津能量色散型 X

射线荧光分析仪 EDX-8000 和傅立叶变换红外光谱仪 IRTracer-100 对采集的样品进行匹配分析，对异物来源进行了准确判定。

■ 实验部分

1.1 仪器

EDX-8000 能量色散型 X 射线荧光分析仪

岛津 IRTracer-100 傅里叶变换红外光谱仪



1.2 测试条件

EDX 测试条件

电压：50 kV

氛围：真空

滤光片：1#、2#、4#、None

积分时间：100 s

红外测试条件

波长范围：4000~700 cm^{-1}

分辨率：4 cm^{-1}

扫描次数：20

切趾函数：Happ-Genzel

1.3 样品

样品性状：1# 异物与来源物均为黄色类似橡胶材质，其中来源物表面为黄色，内里为白色；2# 异物为蓝色塑胶材质，来源物为蓝色和无色透明塑胶组成的双层结构



图 1 样品状态图

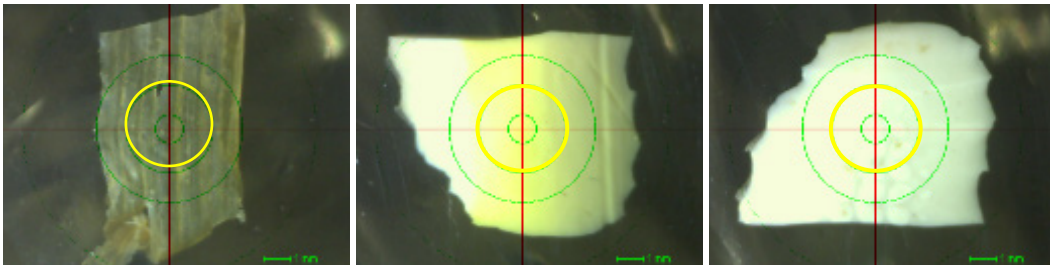


图 2 异物 1# 与来源物测试状态图

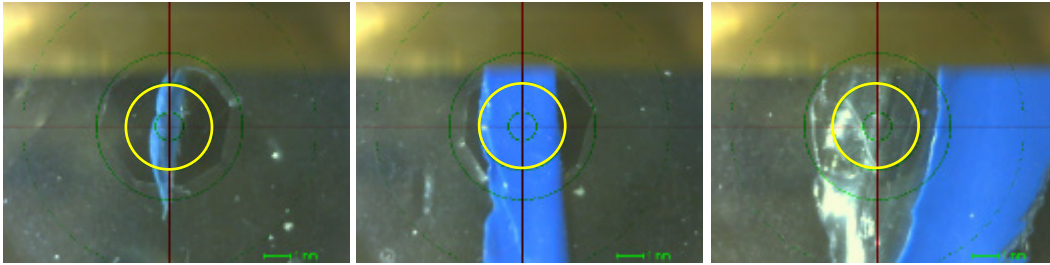


图 3 异物 2# 与来源物测试状态图

1.4 样品前处理

EDX: 将样品放入仪器样品仓中, 在真空下进行测试。

FTIR: 直接使用红外主机和 ATR 附件进行测试分析。

■ 实验与结果

2.1 红外测试

2.1.1 黄色异物及可能来源红外

黄色异物与可能来源物的红外光谱相似度非常高, 谱图检索结果均为硅脂。

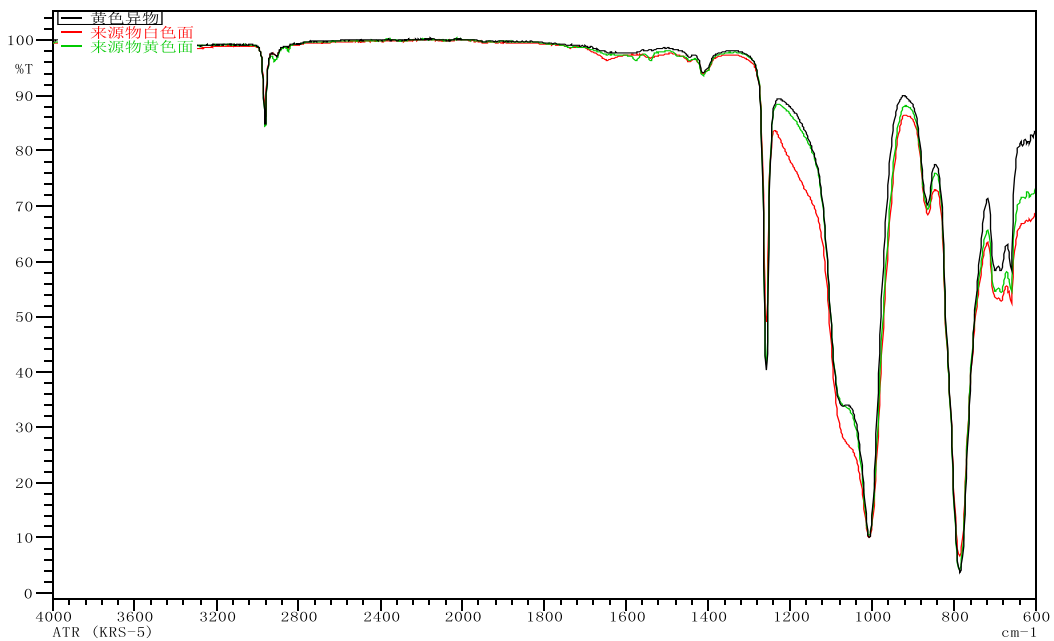


图 4 异物 1# 与来源物红外光谱重叠图

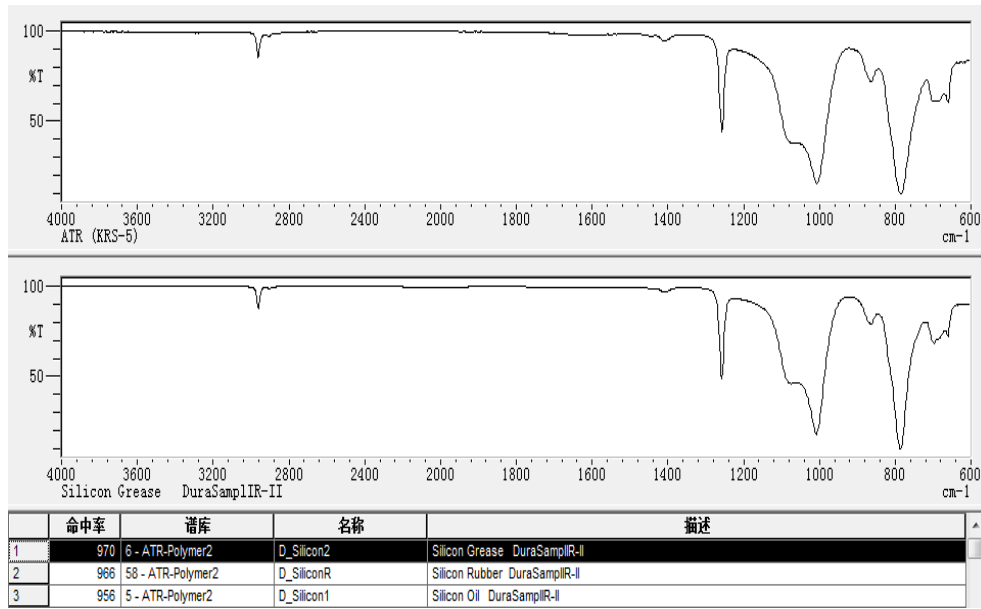


图 5 异物 1# 谱图搜索结果

2.1.2 蓝色异物及其可能来源光谱图

蓝色异物的红外谱图及谱库检索结果显示为聚丙烯材质。可能来源物蓝色部位和无色部位的红外光谱完全相同，但谱图检索结果显示为聚氯乙烯。该结果说明蓝色异物并非来源于这块蓝色塑胶，可以排除这个可能来源物。

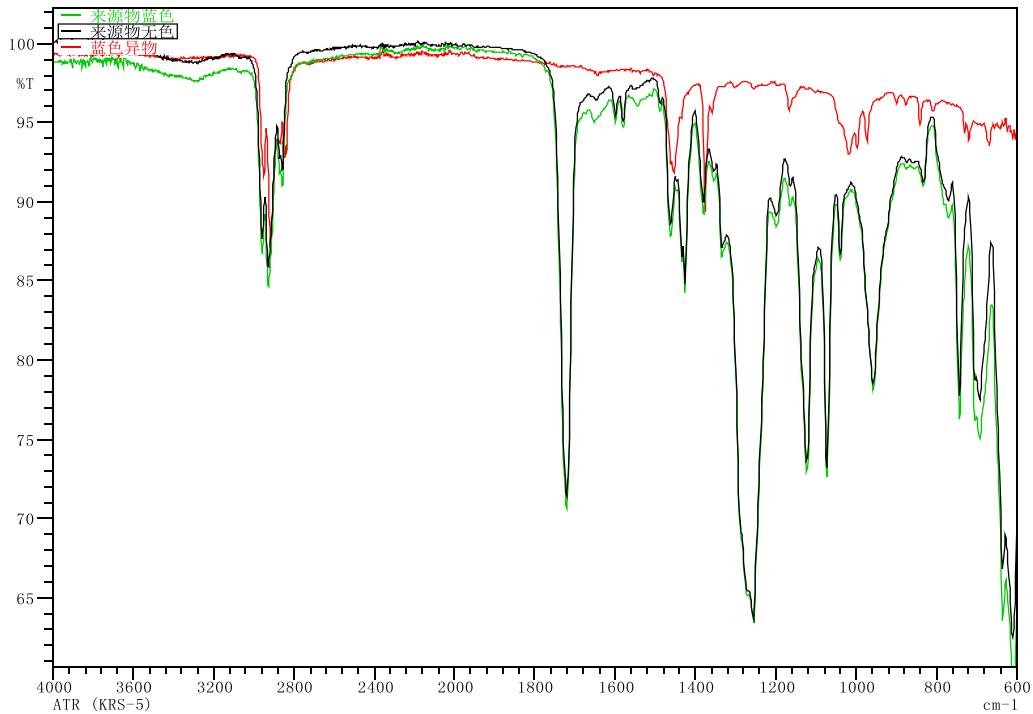


图 6 异物 2# 与来源物红外光谱重叠图

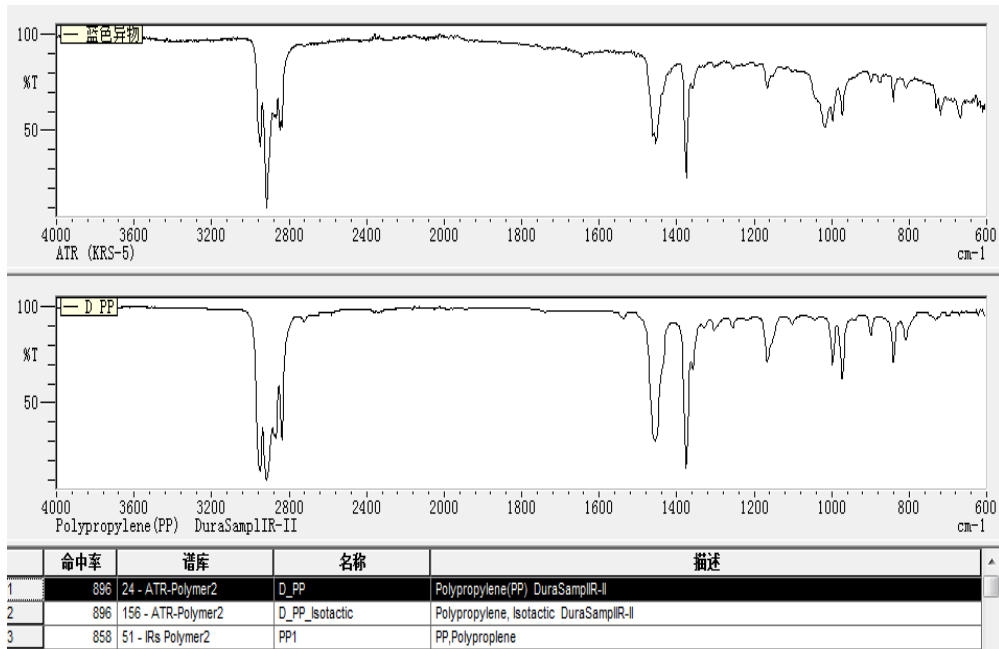


图 7 异物 2# 谱图检索结果

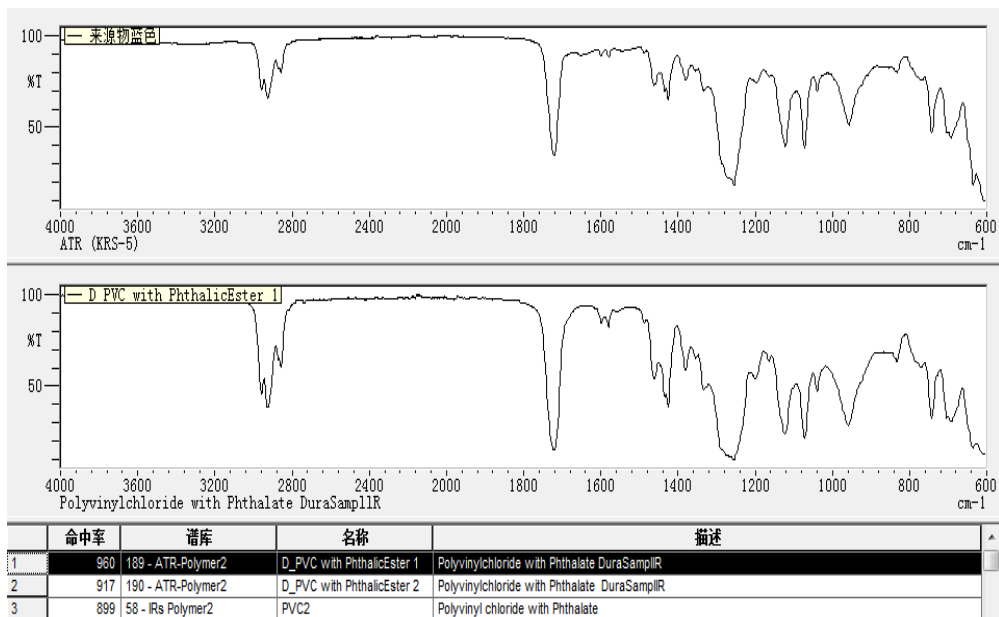


图 8 2# 可能来源物的谱图检索结果

2.2 EDX 测试

对 1# 异物和可能来源物的 EDX 分析结果显示，异物与来源物中主成分均为 Si 元素，这与红外的鉴定结果硅脂相吻合。其它无机元素种类也完全相同。但相同元素在各样品中的含量测试结果有明显差异，尤其是 Ti 元素：在可能来源物中含量高达 3%，为主要添加成分，但在异物中仅有 0.02%，是微量杂质。因此，虽然两者都是硅脂，所含无机元素种类也相同，但依据 Ti 元素含量这一项可以判定两者并非同一材料，黄色异物并非由该来源引入。

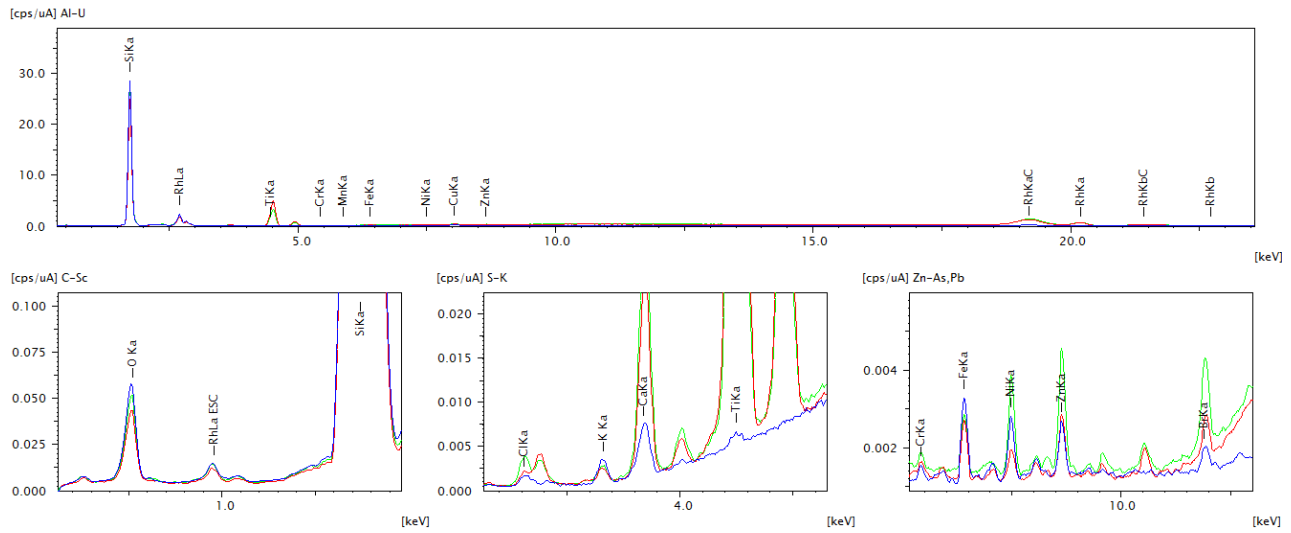


图9 异物 1# 与来源物 EDX 光谱重叠图

表 1 异物 1# 和可能来源物的 EDX 测定结果

元素	黄色异物	来源物黄色部分	来源物白色部分
Si (%)	94.815	84.344	86.360
*Ti (%)	0.022	1.795	3.059
Ca (%)	0.084	0.417	0.365
Cl (%)	0.159	0.372	0.214
K (%)	0.081	0.044	0.045
Fe (%)	0.017	0.009	0.012
Zn (%)	0.004	0.005	0.003
Br (%)	0.0010	0.001	0.001
Cu (%)	0.019	0.001	0.001
Ni (%)	0.008	0.007	—
S (%)	—	—	0.105
Mn (%)	0.010	—	—
Cr (%)	0.009	—	—
CH ₂ O (%)	4.773	13.005	9.835

2# 异物蓝色塑料的红外测试结果已显示与可能来源物材质不匹配。在 EDX 谱图中也显示两者有显著差异。蓝色异物中含有大量的 Ca、Ti、Br 等添加剂，但这些元素在可能来源物中含量极低，说明并未特意添加；而可能来源物中 Cl 含量高达 45%，在异物中却仅有 0.03%，进一步证明两者是完全不同的材料。

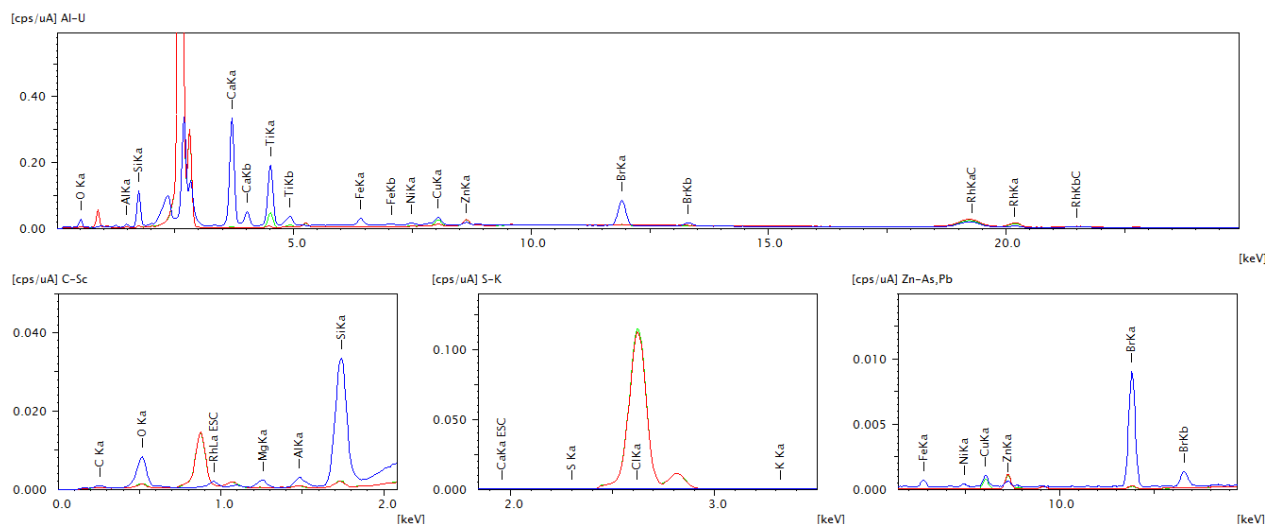


图 10 异物 2# 与可能来源物 EDX 光谱重叠图

表 2 异物 2# 和可能来源物的 EDX 测定结果

元素	黄色异物	来源物黄色部分	来源物白色部分
元素	蓝色异物	来源物蓝色部分	来源物无色部分
*Cl (%)	0.031	46.721	49.597
*Si (%)	0.555	0.100	0.092
*Ca (%)	0.741	0.075	0.032
*Br (%)	0.162	0.002	0.002
Ti (%)	0.311	0.476	—
Al (%)	0.073	0.053	0.058
Cu (%)	0.027	0.028	0.014
Zn (%)	0.013	0.030	0.036
K (%)	0.009	0.038	—
Mg (%)	0.129	—	—
S (%)	0.051	—	—
Fe (%)	0.023	—	—
Ni (%)	0.008	—	—
Ba (%)	—	0.044	0.061
Zr (%)	—	0.001	—
CH ₂ O (%)	97.866	52.433	50.108

■ 结论

本文使用能量色散型 X 射线荧光分析仪 (EDX) 和红外光谱仪 (FTIR) 对药品中发现的两块异物和可能来源物进行了分析。FTIR 可以对有机物材质种类进行准确判定, 可快速鉴定部分异物与来源物的匹配性; 当异物与可能来源物材质十分接近时, 进一步通过 EDX 得到的无机元素含有情况, 也可以得到准确的鉴定结果。FTIR 结合 EDX, 是异物鉴定的“最佳组合”。

岛津应用云

