

使用 AIRsight 红外拉曼显微镜分析片剂药品表面异物

01-00394-CN

岩崎 祥子

特点描述

- ◆ AIRsight 可在不移动测定样品的情况下，获得同一位置的红外光谱和拉曼光谱。
- ◆ 测定同一位置的红外及拉曼光谱，可以获得高精度定性结果。
- ◆ 通过简单的操作分析附着在片剂药品上的非常微小异物。

简介

近年来，消费者对于异物的关注度上升，随之而来的分析需求也在提高。尽管不时有新闻报道在部分药品或食品当中发现异物，但是很难彻底消除这个问题，因为异物可能会在各种程序当中出现，例如购买时混入的原材料污染，或生产线零部件劣化而混入产品以及消费者对产品造成的污染等。此外，异物的种类也有很多，除了人体毛发、塑料和橡胶等有机物之外，还有氧化物和金属等无机物。因此需要更高分析精度，以确定产生异物的原因。

AIRsight 红外拉曼显微镜是一款在红外显微镜内部加入拉曼组件的全新显微镜，设备外观如图 1 所示。红外拉曼显微镜可在不移动样品情况下，使用同一台仪器获得同一位置的红外光谱和拉曼光谱，因而显著地提高了微区定性分析的精度。此外，红外及拉曼测定全部通过 AMsolution 软件控制，操作简单。

本文介绍使用 AIRsight 红外拉曼显微镜测定附着在片剂药品（以下简称“片剂”）表面异物的示例。



图1 AIRsight™的外观

测定样品和测定条件

附着在片剂表面的异物的外观如图 2 所示。异物为红褐色，散布于片剂表面上 100 μm 左右的范围内。对于传统仪器，最耗时费事的是将样品放置在显微镜的载物台，使测定的异物位置进入视野范围。而 AIRsight 标配的观察用大视野相机，可以在目视尺寸（10×13 mm）的视野内进行观察，因此可以轻松地将测定的异物位置进入视野。除此之外，还配备了最多放大 5 倍（2.0×2.6 mm）的变焦功能。测定用显微相机还配备了 10 倍变焦（0.03×0.04 mm）功能，因此微小的异物也能够顺利地被观察到。位置信息由显微镜摄像机和宽视场摄像机共享，因此不会因切换相机而出现视野偏差。

测定条件如表 1 所示。

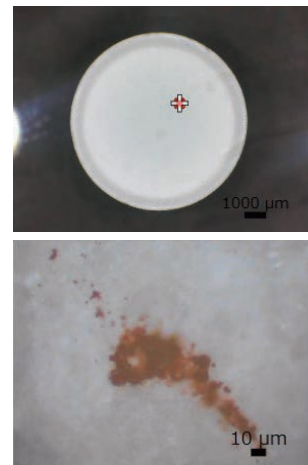


图2 片剂表面异物的外观

上：使用大视野相机观察片剂整体的图像
下：使用显微相机观察片剂表面异物的图像

红外光谱法和拉曼光谱法

红外光谱法测定红外光照射于样品时，测量某个波长（波数）下吸收的光量。而拉曼光谱法则是测定特定波长的光照射样品时样品上散射的光，计算入射光和散射光之差（拉曼位移）。拉曼光谱与红外光谱同为基于分子振动的振动光谱。两种方法均可以通过对比已知光谱来鉴定物质，根据分子结构以及强度进行定性定量分析，但是红外和拉曼检测出的谱峰强度和形状则不相同。

表 1 测定条件

设备	: IRTracer™-100、AIRsight
红外光谱测定	
分辨率	: 8 cm ⁻¹
扫描次数	: 100
切趾函数	: SqrTriangle
检测器	: T2SL
拉曼光谱测定	
扫描次数	: 100
曝光时间	: 1.0 sec
物镜	: 50 倍
激发波长	: 785 nm
检测器	: CCD

■ 使用显微红外光谱法分析异物

首先测定红外光谱。使用显微 ATR 模式分别测试正常部位和附着异物部位，得到的红外光谱如图 3 所示。

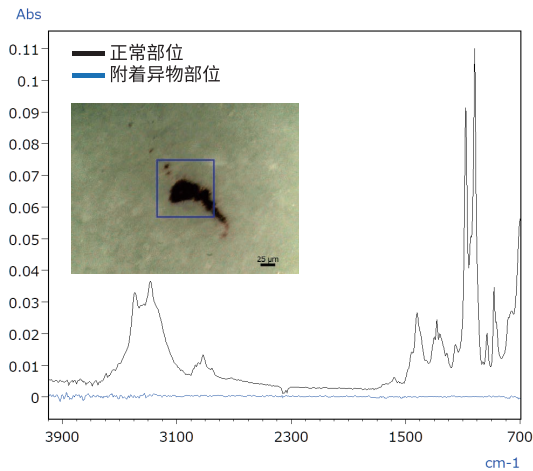


图3 正常部位和附着异物部位的红外光谱

正常部位的红外光谱为药品的主要组分（甘露糖醇）。而附着异物部位则未检测出谱峰，未能确定附着异物的成分。

■ 使用显微拉曼光谱法分析异物

然后测定拉曼光谱。使用显微拉曼分别测定正常部位和附着异物部位。拉曼光谱的测定结果如图 4 所示，发现了正常部位和附着异物部位光谱的差异。

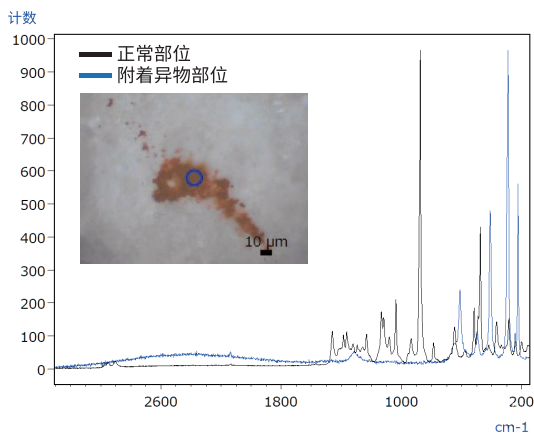


图4 正常部位和附着异物部位的拉曼光谱

该拉曼谱图表明可能是氧化铁，使用拉曼测试氧化铁，异物部位和氧化铁的拉曼光谱叠加图如图 5 所示。两个光谱基本一致，因此推测附着于片剂表面的异物是氧化铁。

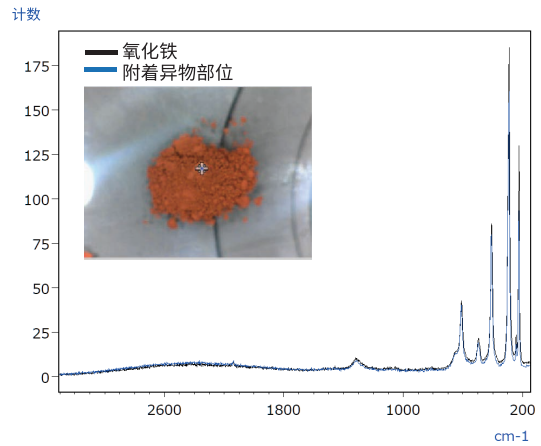


图5 附着异物部位和氧化铁的拉曼光谱

■ 氧化铁的红外光谱

如图 3 所示，利用显微红外光谱法未能测得异物部位的成分。图 6 为使用单次反射 ATR 方法测得的氧化铁的红外光谱。

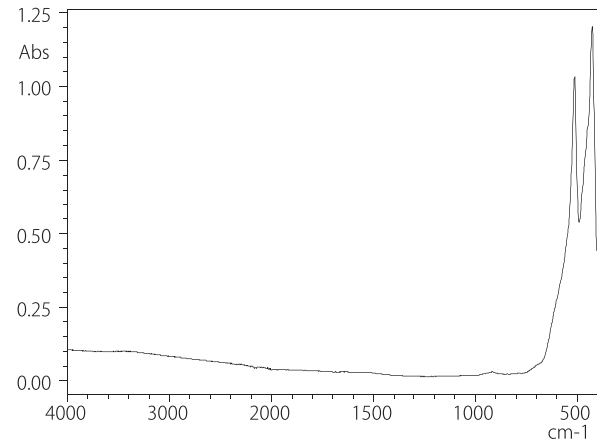


图6 使用单次反射ATR法测定的氧化铁的红外光谱

在氧化铁的红外光谱中，由于具有特征性的谱峰位于低于 510 cm^{-1} 的低波数侧，因此无法使用显微红外光谱法检测出。拉曼光谱法则可以获得有用的信息，拉曼光谱法对无机化合物的定性能力强于红外光谱法。

■ 结论

本文介绍了使用显微红外光谱法和显微拉曼光谱法分析片剂表面异物的示例。有些无机化合物很难使用红外光谱法进行定性，拉曼光谱法则可以有效鉴定。

AIRsight 红外拉曼显微镜可以在不移动样品的情况下获得同一位置的红外光谱及拉曼光谱测定，因此非常适用于未知的样品定性。此外，还可以自动完成观察和测定位置的设置、测定以及分析等分析所需的一系列操作。对异物样品、不合格产品等定性分析要求比较高时，可以用这台仪器进行测试分析。

岛津应用云



AIRsight 和 IRTracer 是岛津制作所株式会社或其相关公司在日本及其他国家 / 地区的商标。



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话：800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

※本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
※本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2022 年 11 月