

Application News

No. X272

X 射线荧光分析

岛津 EDX 分析药片

为了各种目的，如防止变质，掩盖不愉快的味道或气味，或控制药物释放的时间等等，有些药品片剂表面有一层涂层。图 1 显示了药片涂层的示例。虽然电感耦合等离子体 - 原子发射光谱法 (ICP-AES) 和电感耦合等离子体 - 质谱法 (ICP-MS) 通常用于分析药品中的元素，但如果整个片剂被粉碎或溶解，就很难区分是来自于涂层的元素还是其他。

x 射线荧光使片剂在不粉碎的情况下分析成为可能。本文通过对粉状和非粉状片剂的分析比较，介绍了一种简单分析涂料中不均匀分布的方法。

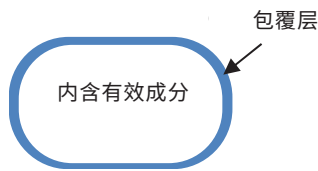


图 1 药片包覆结构示意图

样品

非处方药药片。一种

元素

C-U: 全元素定性定量分析

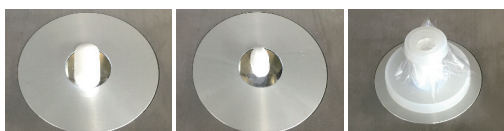
前处理

1. 药片表面
不经处理的表面按原样分析。
2. 药片横截面
切片，并进行横断面分析。
3. 粉成粉末

使用玛瑙研钵将药片磨成细粉，然后装在一个衬有 5 μ m 聚丙烯薄膜底的样品杯中，轻轻压实材料，保证厚度有 10 毫米以上。

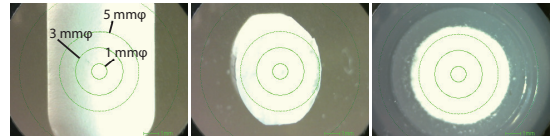
试样的放置

在分析片剂的表面和截面时，样品被放置在一个聚丙烯薄膜上，图 2 为仪器设置情况。图 3 为分析过程中拍摄的照片。



(a) 整片 (b) 截面 (c) 粉末

图 2 设置条件



(a) 整片 (b) 截面 (c) 粉末

图 3 分析时的图像

定性定量分析结果

从 6C 到 92U 对片剂的表面、断面、粉末状进行了定性和定量分析。在测量设定条件下设置平衡自动设定 (图 4)。

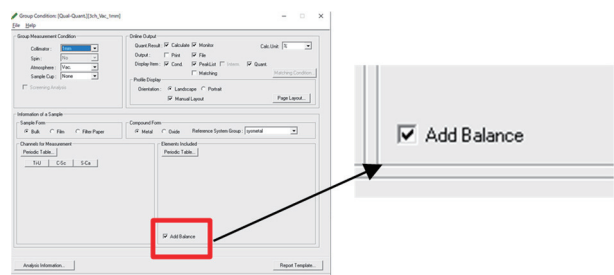


图 4 平衡自动设定

注：平衡自动设置功能：当主要成分包括 C、H、O 等时，需要在 FP 方法中设置“平衡”（余量元素）。在设置平衡自动设置功能时，软件会自动进行平衡，根据谱线形状判断是否需要平衡设置。在一定程度上可以补偿由于形状、厚度、密度和其他性质的差异，因此该功能在分析形状不规则、粒径较小或数量较少的样品时很有效。

1. 定性分析结果

图 5 显示了药片表面、截面和粉末分析的叠加结果。Ti 在表层相对较强，P 和 Cl 在截面相对较强。可以理解为 Ti 来源于涂层，P 和 Cl 来源于活性成分。粉末与截面的结果相似。

图 6 为激光显微镜分析截面的图像。在这里，可以看到涂层厚度大约 45 μ m 的药片表面。

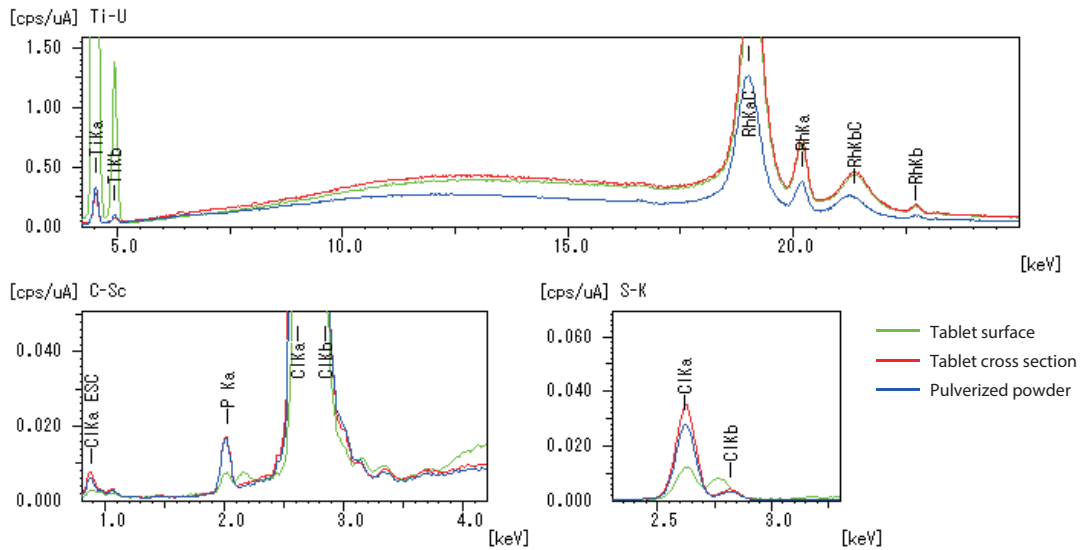


图5 定性分析谱图及三种状态的叠加

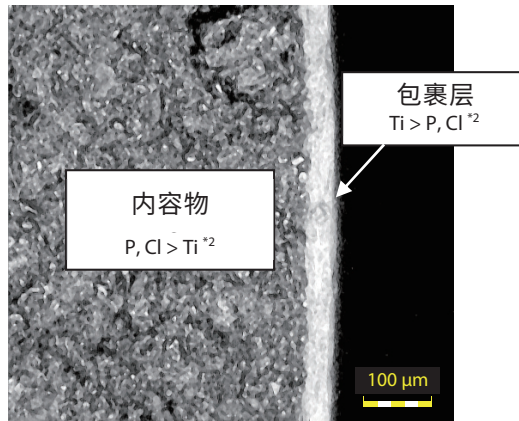


图6 激光显微镜给出的图片

2. 定量分析结果

表1为FP法定量分析结果，定量值随测量位置不同而不同。如果要获得每片的平均片剂组成，有必要通过粉碎片剂使样品均匀化。

表1 定量分析结果 (%)

试样	P	Cl	Ti	平衡
整片	0.03	0.51	2.69	96.77
截面	0.093	1.68	0.073	98.16
粉末	0.11	1.48	0.10	98.31

结论 / X 射线荧光分析的优势

当样品被粉碎时，所有的涂层和内部含有活性成分的部分混合在一起，很难识别元素分布不均匀的情况，当研究人员希望使用 ICP-AES 或类似的技术分析涂层时，需要去除药片的外层，预处理变得极其复杂。另一方面，本实验证实了使用 X 射线荧光分析不均匀分布元素的分析是可能的，不需要的复杂预

处理，因为该技术可以在不粉碎的情况下对片剂进行分析。

分析条件

Analytical Condition	
仪器	: EDX-8000 (7000)
X- 光管 / 探测器	: Rh 靶 / SDD
分析方法	: FP 基本参数法
滤光片	: 2#
气氛	: Vacuum
测量光斑	: 3mmφ
死时间	: 最大 30%



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: 2019 年 8 月