

23P-pm05

透過および後方散乱低波数ラマン分光法を用いた錠剤中共結晶の定量性比較

○長田 拓美¹, 竹内 勇輝¹, 井上 元基¹, 久田 浩史¹, 小出 達夫², 深水 啓朗¹ (1明治薬大,²国立衛研)

【目的】低波数領域ラマン分光法は結晶の格子振動に由来したスペクトルが得られるため、様々な結晶形態の分析に有用である。発表者らは低波数ラマン分光法を従来の後方散乱測定から透過測定へと改良することで、錠剤中に含まれる結晶成分の定量性が向上することを報告している。本研究では透過および後方散乱低波数ラマン分光法を用いて、錠剤中に含まれる共結晶の定量性を比較した。【方法】カフェインとグルタル酸からなる共結晶 (II 形) に解離を想定した各成分を加え、添加剤として結晶セルロースを用いたモデル錠剤を調製した。透過測定は錠剤に励起光を照射し、その反対側で検出されるスペクトル、後方散乱測定は照射面と同じ側で検出されるスペクトルを取得した。得られたスペクトルを部分最小二乗法 (PLS) により解析することで錠剤中成分含量の予測値を求め、実際の含量に対するプロットから検量線を作成した。【結果・考察】通常領域のラマンスペクトルにおいて、共結晶とカフェインおよびグルタル酸の識別は困難であった。一方、低波数領域において、共結晶は 40、55、67、82 および 105 cm^{-1} 、カフェインは 21 および 37 cm^{-1} 、グルタル酸は 70 および 92 cm^{-1} に特徴的なラマン散乱のピークが認められた。したがって、低波数領域では共結晶と各構成成分の識別が可能であった。これら 3 成分の含量が異なるモデル錠剤について、0-200 cm^{-1} の測定領域において透過および後方散乱の低波数ラマンスペクトルを取得したところ、いずれも含量に応じてスペクトル形状の変化が認められた。作成した検量線の誤差を表す Root mean square error of cross validation (RMSECV) は透過測定で 2.4、後方散乱測定で 9.3 と算出された。これらの結果から、透過測定は後方散乱測定と比較して、錠剤中における共結晶ならびに各構成成分の定量性に優れることが示唆された。