



臭素原子含有医薬品原薬の XAFS 測定

伊藤 雅隆, 富田 明日美, 鈴木 浩典, 野口 修治
東邦大学 薬学部

キーワード：医薬品原薬, XAFS, 結晶形

1. 背景と研究目的

医薬品原薬の結晶形同定及び定量的評価は医薬品の品質管理を行う上で大変重要である。医薬品原薬の結晶形評価は、粉末 X 線回折法や赤外吸収スペクトル法などが用いられてきた。これまでの測定で Cl-K 吸収端近傍構造スペクトル測定を測定してきたが、本測定では Br-K 吸収端近傍構造スペクトル測定を行い医薬品原薬の結晶形を同定する新規測定方法として利用可能か評価した。

2. 実験内容

測定試料として、医薬品原薬のうち臭素原子を含有する結晶 7 種類を用いた。各試料は次に示す通りである。エレトリプタン臭化水素酸塩 α 型、1 水和物、シタロプラム臭化水素酸塩、ベンズブロマロン、デキストロメトर्फファン臭化水素酸塩 1 水和物、ブロムヘキシシン塩酸塩、スコポラミン臭化水素酸塩 3 水和物、アンブロキシール塩酸塩である。各試料及び参照用の KBr の臭素 K 吸収端測定を BL5S1 で実施した。測定は室温で試料を窒化ホウ素と混合し、薄い円盤状に圧縮成形したものを X 線の光路上に設置し透過法で行った。測定した XAFS スペクトルの表示と解析には Athena [1] を利用した。

3. 結果および考察

デキストロメトर्फファン臭化水素酸塩 1 水和物の Br-K 吸収端近傍構造スペクトルを Fig. 1 に示す。Br イオンの化学的環境の違いが XANES スペクトルの違いとして表れていると考えられる。動径分布関数を Fig. 2 に示す。結晶構造から臭素原子は窒素原子の近傍に存在すると考えられ、現在他の医薬品原薬の臭素酸塩結晶の測定データとともに解析を進めている。

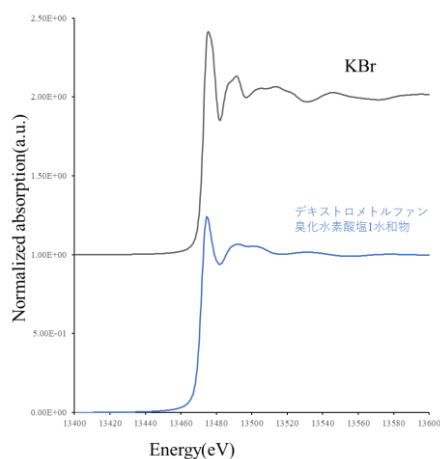


Fig. 1 デキストロメトर्फファン臭化水素酸塩 1 水和物及び KBr の Br-K 吸収端近傍構造スペクトル

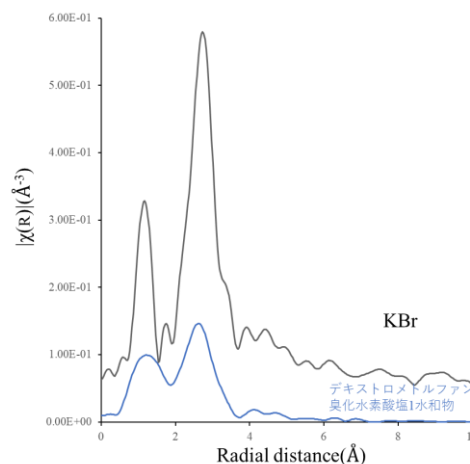


Fig. 2 デキストロメトर्फファン臭化水素酸塩 1 水和物及び KBr の動径分布関数

4. 参考文献

1. B. Ravel and M. Newville, ATHENA, ARTEMIS, HEPHAESTUS: data analysis for X-ray absorption spectroscopy using IFEFFIT, *Journal of Synchrotron Radiation* **12**, 537–541 (2005).