

Agilent Cary 630 FTIR から Agilent Cary 635 FTIR 分光光度計への移行

医薬品アプリケーションにおける手法の同等性の実証

概要

フーリエ変換赤外（FTIR）分光光度計は、赤外（IR）吸収波数の解釈により幅広い材料を分析するための強力な分析ツールです。医薬品およびバイオ医薬品業界において、FTIR 分析は医薬品物質の材料同定と品質保証に不可欠です。

医薬品業界において、Agilent Cary 630 FTIR は各国の薬局方で定められた医薬品、納入品、包装材の同定に使用されており、医薬品製剤内の成分濃度などの定量情報を提供します。

その後継モデルである Cary 635 FTIR 分光光度計は、超コンパクトで使いやすい、高性能なポータブル FTIR システムです。Cary 635 FTIR では、赤外光出力の強化による検出感度とスキャン速度が向上しています。Cary 635 FTIR は先行モデルのモジュール式設計を継承しており、同じサンプルを新たに強化された性能品質と効率性で分析できます。

Cary 630 FTIR の使用経験のある医薬品業界のユーザーにとって、この技術概要で紹介する医薬品用の手法とワークフローは、Cary 635 FTIR および Cary 630 FTIR 分光光度計で共通です。本書では、市販製剤の IR スペクトルを測定してラベル付けし、医薬品有効成分（API）などの関連化合物を特定し、含有物質を定量する能力について、この 2 種類の機器を比較します。

機器とソフトウェア

比較のために、3 種類のアプリケーション試験にはすべて ZnSe 光学系と一回反射型ダイヤモンド減衰全反射（ATR）アタッチメントを取り付けた Cary 630 FTIR および Cary 635 FTIR 分光光度計を使用しました。特定のメソッドパラメータは、対応する各アプリケーション内に記載しています。

Cary 635 FTIR と Cary 630 FTIR のいずれも、Agilent MicroLab ソフトウェアを使用します。このソフトウェアでは分析ワークフロー全体の手順が画像付きで段階的に説明されるため、それに従って簡単に実行できます。いずれの分光光度計も、サンプルロードからデータ処理まで、同じメソッドと操作手順に従います（図 1）。結果はカスタマイズ可能な限界値に基づき、わかりやすく色分けされて表示されるため、データを迅速かつ直感的に確認できます（図 2）。



図 1. Agilent Cary 635 FTIR 分光光度計と Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計で、Agilent MicroLab ソフトウェアのメソッドと測定機能は同じです。



図 2. Agilent MicroLab ソフトウェアは、Agilent Cary 630 および 635 FTIR 分光光度計の操作を簡略化します。このソフトウェアは手順を画像で提供しているため、トレーニングの必要性を減らし、ユーザーベースのエラーのリスクを最小限に抑えます。

スペクトルの測定とラベル付け

2 種類の分光光度計の比較には、クエン酸とサリチル酸（医薬品やスキンケア製品で一般的に使用される賦形剤）の透過スペクトルを使用しました（図 3 および 4）。表 1 に、Cary 630 FTIR と Cary 635 FTIR によるスペクトル測定に使用したメソッドパラメータを示します。

表 1. Agilent Cary 630 および Cary 635 FTIR-ATR を用いたスペクトル測定の実験パラメータ

パラメータ	値
メソッド	データ取得のみ
モード	透過率
スペクトル範囲	650 ~ 4,000 cm^{-1}
バックグラウンド/サンプルスキャン回数	32
スペクトル分解能	4 cm^{-1}

スペクトル分析において物質の同一性と分子構造に関する情報を推定するには、スペクトル全体の形状と特定のピーク波数が必要です。図 3 および 4 のスペクトルは、両方の分光光度計で取得された一致する透過スペクトルです。測定間で結晶化度と圧力がわずかに変化するため、透過強度の部分的な相違が予想されます。

さらに表 2 および 3 のとおり、Cary 635 FTIR と Cary 630 FTIR のどちらも、スペクトル全体の同じ波数でピークが出現しています。このように、ルーチンスペクトル測定とその後のピーク分析に基づく分子構造の解釈は、2 種類の分光光度計間で一貫しています。また図 5 のとおり、2 種類の機器で共通の MicroLab ソフトウェアを使用するため、測定後の処理（ピークのラベル付けや調整など）が同じです。

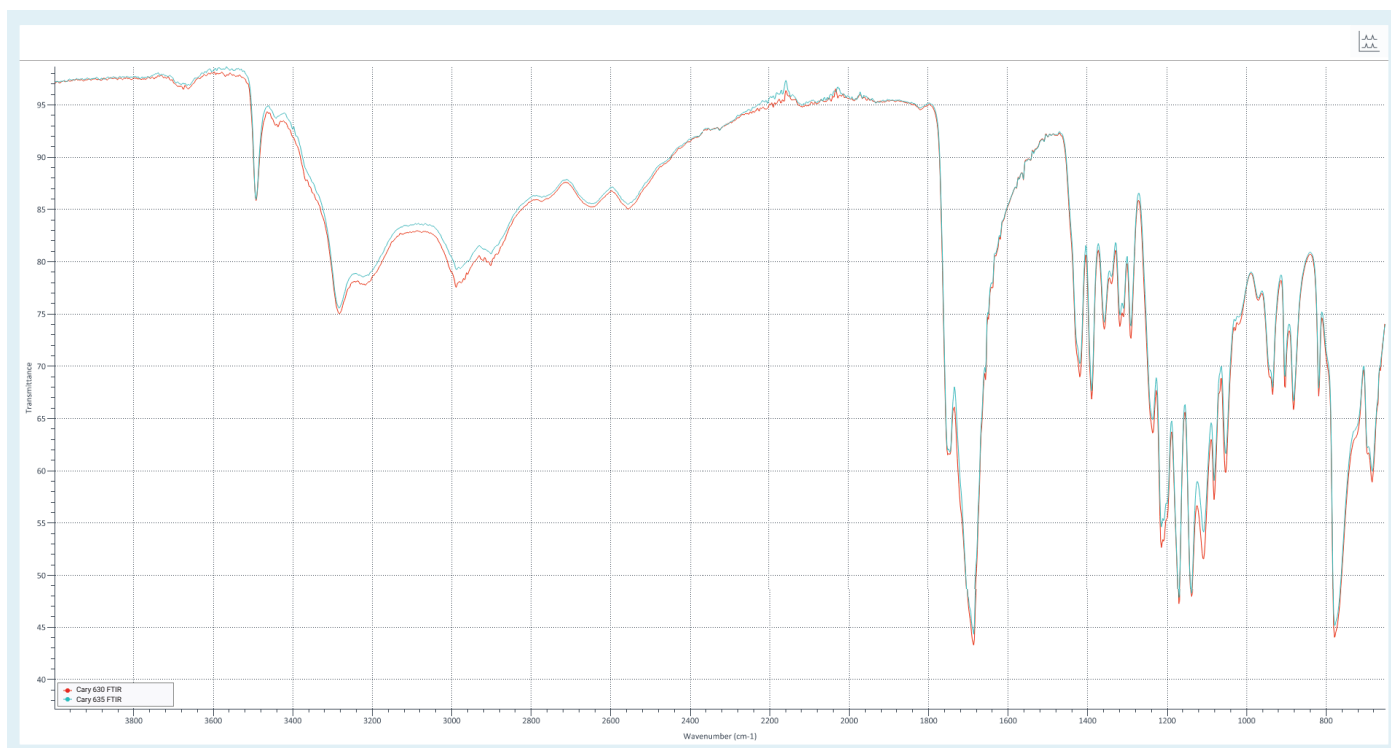


図 3. Agilent Cary 635 FTIR および Cary 630 FTIR 分光光度計で測定したクエン酸の IR 透過率スペクトル（640 ~ 4,000 cm^{-1} ）の重ね表示。青が Cary 635 FTIR、赤が Cary 630 FTIR のデータです。クエン酸は粉末状にし、いずれのスペクトルも ATR モジュールで測定しました。

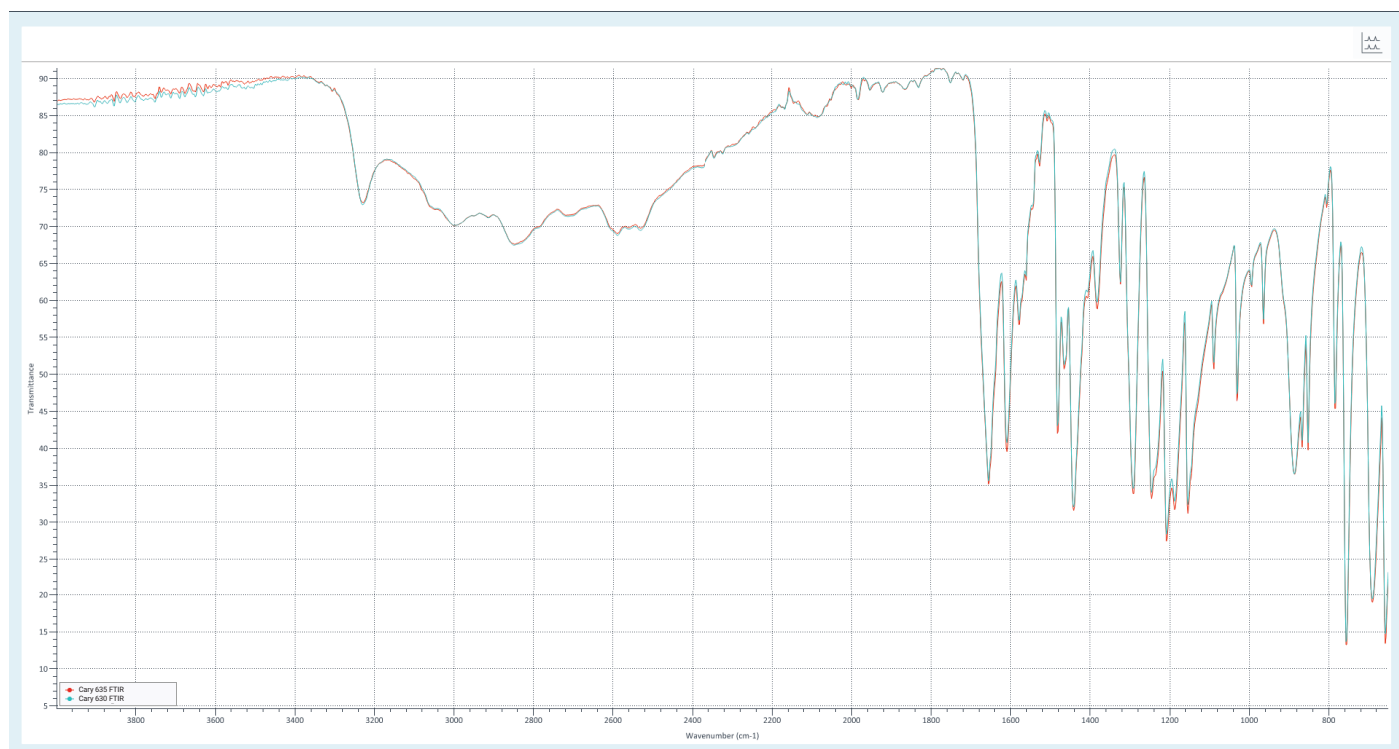


図 4. Agilent Cary 635 FTIR および Cary 630 FTIR 分光光度計で測定したサリチル酸の IR 透過率スペクトル (640 ~ 4,000 cm^{-1}) の重ね表示。

表 2. Agilent Cary 635 FTIR および Cary 630 FTIR 分光光度計で測定したクエン酸スペクトルの透過ピーク波数 (640 ~ 4,000 cm^{-1}) (図 3)

Cary 635 FTIR	Cary 630 FTIR	Cary 635 FTIR	Cary 630 FTIR
684.0	684.0	1291.5	1291.5
697.0	697.0	1308.3	1308.3
779.0	779.0	1317.6	1317.6
818.2	818.2	1338.1	1338.1
881.5	881.5	1356.8	1356.8
903.9	903.9	1388.4	1388.4
933.7	933.7	1418.3	1418.3
971.0	971.0	1686.6	1686.6
1053.0	1053.0	1744.4	1744.4
1080.9	1080.9	1818.9	1818.9
1108.9	1108.9	2558.8	2558.8
1138.7	1138.7	2650.1	2650.1
1170.4	1170.4	2901.7	2901.7
1213.2	1213.2	2987.5	2987.5
1235.6	1235.6	3224.1	3224.1
		3283.8	3283.8
		3492.5	3492.5

表 3. Agilent Cary 635 FTIR および Cary 630 FTIR 分光光度計で測定したサリチル酸スペクトルの透過ピーク波数 (640 ~ 4,000 cm^{-1}) (図 4)

Cary 635 FTIR	Cary 630 FTIR	Cary 635 FTIR	Cary 630 FTIR
657.9	657.9	1323.2	1323.2
691.4	691.4	1381.0	1381.0
756.6	756.6	1440.6	1440.6
784.6	784.6	1464.8	1464.8
851.7	851.7	1481.6	1481.6
866.6	866.6	1526.3	1526.3
885.2	887.1	1578.5	1578.5
963.5	963.5	1608.3	1608.3
993.3	993.3	1654.9	1654.9
1030.6	1030.6	2085.4	2085.4
1090.2	1090.2	2344.5	2344.5
1153.6	1153.6	2532.7	2532.7
1187.2	1187.2	2592.4	2592.4
1207.7	1207.7	2719.1	2719.1
1244.9	1244.9	2849.6	2849.6
1291.5	1291.5	3002.4	3002.4
		3229.7	3231.6

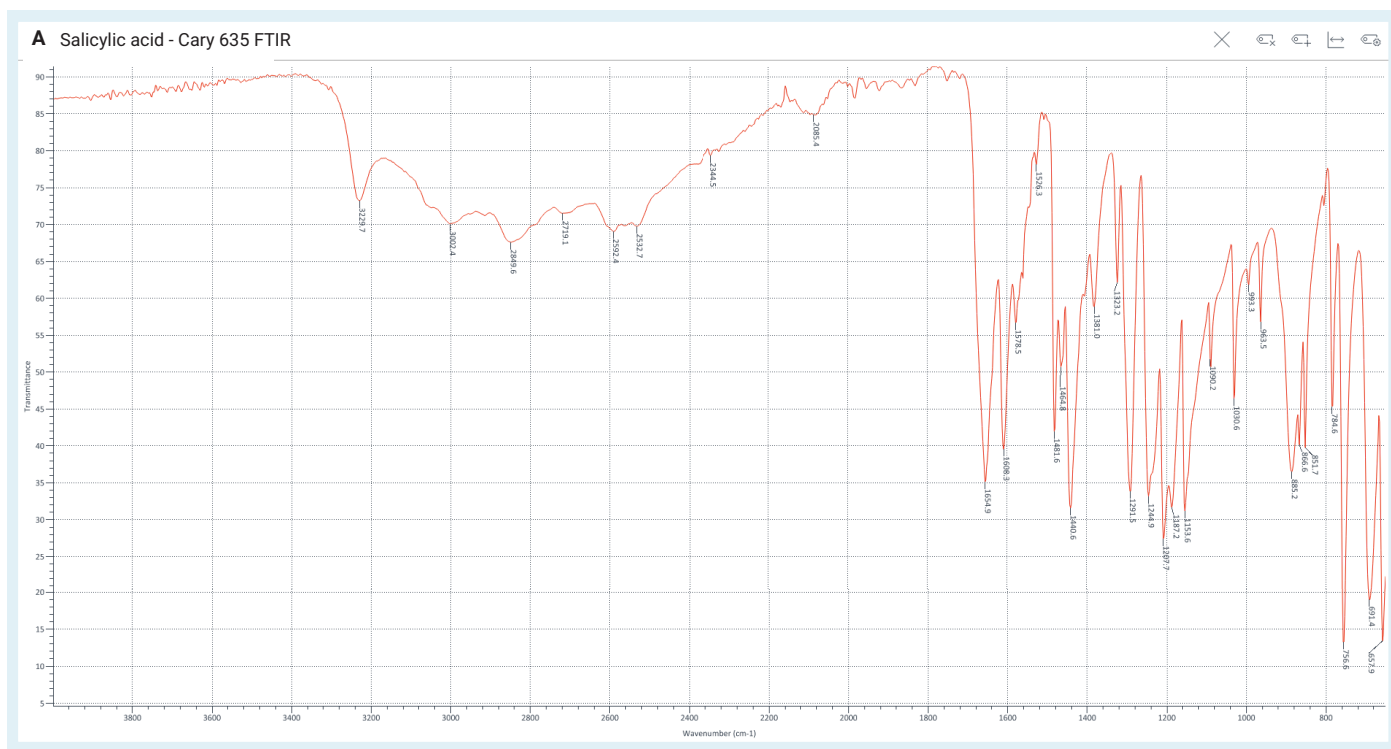
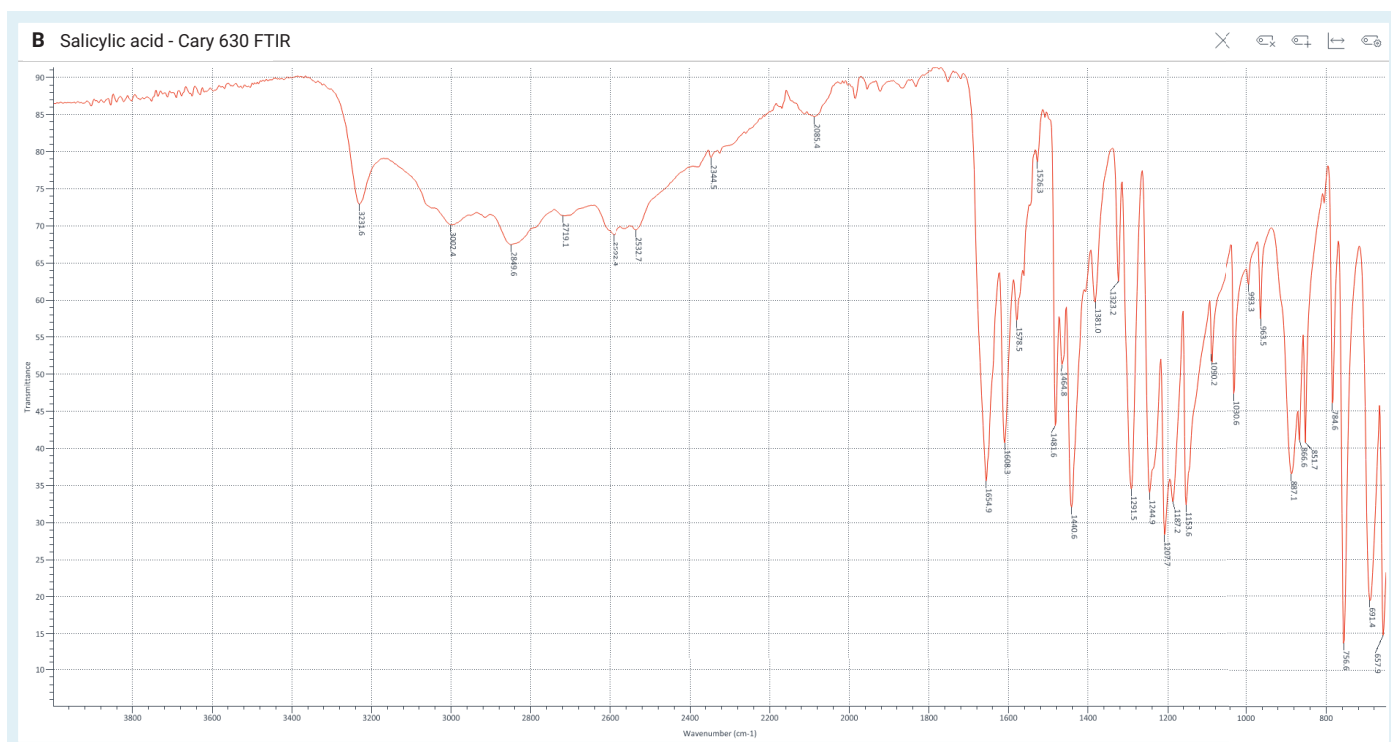


図 5. Agilent Cary 635 FTIR および Cary 630 FTIR 分光光度計で測定したサリチル酸の IR 透過率スペクトル ($640 \sim 4,000 \text{ cm}^{-1}$)。A が Cary 635 FTIR、B が Cary 630 FTIR のデータです。スペクトルピークは Agilent MicroLab ソフトウェアでラベル付けしました。サリチル酸サンプルは粉末状にし、いずれのスペクトルも ATR モジュールで測定しました。

Cary 635 FTIR と Cary 630 FTIR で測定したスペクトルには明確な一貫性がありますが、Cary 635 FTIR では S/N 比が向上しています。これは図 3 の 3,600 ～ 2,400 cm⁻¹ で最も明確です。スムーズなスペクトルにより、MicroLab のピークピッキングプロセスの効率性と精度が上がるため、同じ高品質スペクトルを得るための全体的な取り込み時間を短縮できます。

化合物同定

2 種類の分光光度計を、イブuproフェンとアセトアミノフェンを正確に同定する能力に基づいて比較しました。これらの物質はいずれも一般的な市販鎮痛剤に含まれる API です。Cary 630 FTIR と Cary 635 FTIR で同じ独立した商用物質ライブラリを参照し、参照スペクトルとのスペクトル一致度に基づいて評価を実施しました。類似性はヒットクオリティインデックス (HQI) で示します。HQI が 1 であれば完全一致です。Cary 630 FTIR で測定したスペクトルで作成したカスタムライブラリを、一致の信頼性と精度を維持したまま、Cary 635 FTIR で化合物の同定に直接使用することもできます。スペクトルメソッドと HQI パラメータを表 4 と 表 5 に示します。

表 4. Agilent Cary 630 FTIR-ATR および Cary 635 FTIR-ATR 分光光度計を用いた定性サーチ用の実験スペクトルパラメータ

パラメータ	値
メソッド	定性サーチ
モード	吸光
スペクトル範囲	650 ～ 4,000 cm ⁻¹
バックグラウンド/サンプルスキャン回数	32
スペクトル分解能	4 cm ⁻¹

表 5. Agilent Cary 630 FTIR-ATR および 635 FTIR-ATR 分光光度計の定性サーチ用のサーチパラメータ

ライブラリ同定パラメータ	値
ライブラリ	Agilent FTIR スタータライブラリ：医薬品*
最小ヒットクオリティ	80 %
表示される最大ヒット数	6 件
クオリティヒットしきい値	90 %
品質のマージナルしきい値	95 %

Cary 630 FTIR と Cary 635 FTIR のどちらでも、参照ライブラリを使用して純粋なイブuproフェンとアセトアミノフェンを同定できました (図 6)。いずれの分光光度計も、既知の参照サンプルと高い信頼性で一致し、一般的な品質の判定しきい値である 0.95 より優れた値を示しました。さらに、MicroLab ソフトウェアでは、アプリケーション要件に応じて、定性サーチごとにカスタム品質しきい値を指定できます。

表 6 に、両方の分光光度計で測定したアセトアミノフェンとイブuproフェンの HQI の比較を示します。その結果は図 6 でも確認でき、Cary 635 FTIR と Cary 630 FTIR の相互の HQI は 0.05 % および 0.1 % 以内です。いずれの分光光度計でも効率的なワークフローで色分けされた結果を取得し、効率的かつ効果的に分析できます。このため物質を迅速に同定するために、先行モデルから Cary 635 FTIR にシームレスに移行できます。

表 6. Agilent Cary 630 FTIR および Cary 635 FTIR 分光光度計による医薬品サンプルの HQI

	アセトアミノフェン	イブuproフェン
Cary 630 FTIR	0.98662	0.97135
Cary 635 FTIR	0.98708	0.97003

定量

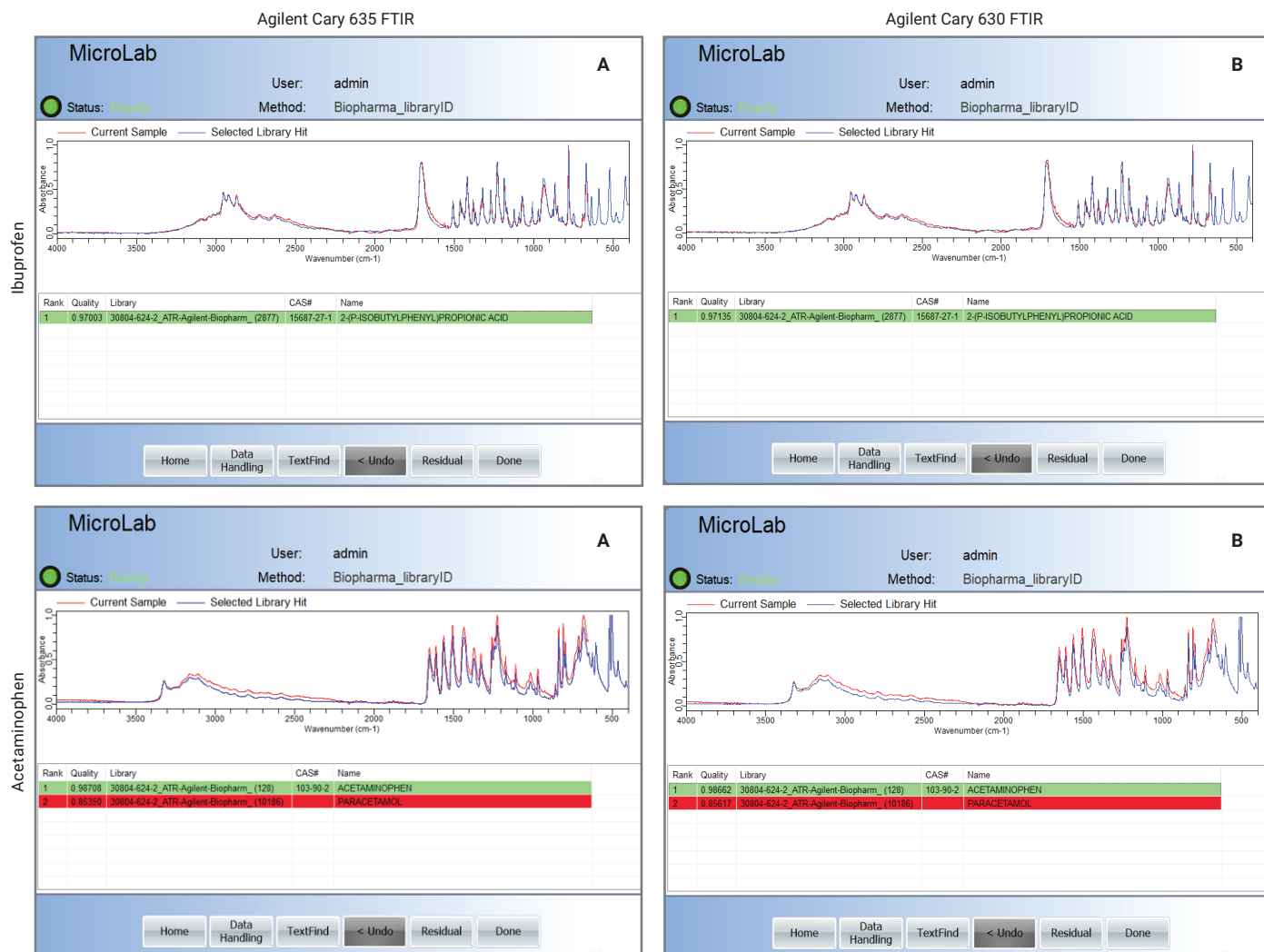


図 6. Agilent Cary 635 FTIR および (B) Cary 630 FTIR 分光光度計によるイブuproフェン (上) とアセトアミノフェン (下) の同定結果。A が Cary 635 FTIR、B が Cary 630 FTIR のデータです。

手指消毒剤に含まれるエタノールの濃度を測定することで、Cary 630 FTIR と Cary 635 FTIR の定量能力を評価しました。検量線は、両方の機器で測定した標準溶液のスペクトルを使用し、Agilent MicroLab Quant ソフトウェア内で特徴的な C-O 伸縮バンド（1,000 ～ 1,120 cm^{-1} ）を用いてエタノール濃度を定量して作成しました（図 7）。表 7 に、メソッドパラメータを示します。

世界保健機構が推奨するアルコールベースの手指消毒剤用の配合（表 7）に従い、さまざまなエタノール濃度（表 8）で手指消毒剤標準液を調製しました。

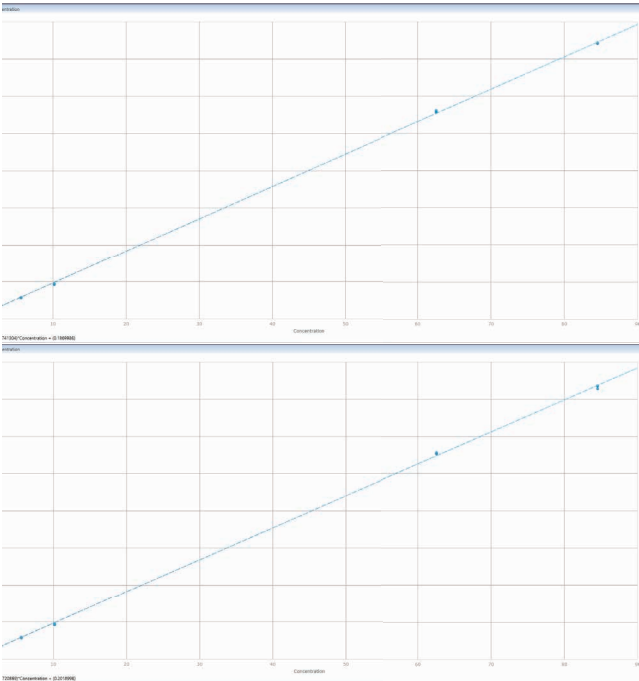


図 7. エタノールベースの手指消毒剤の検量線。エタノール濃度は % w/w で、各標準液を 3 回繰り返し測定しました。Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計（A）と Agilent Cary 635 FTIR 分光光度計（B）ではいずれも、検量線の R^2 値が 0.999 以上です。

Cary 635 FTIR と Cary 630 FTIR のどちらでも、並行ワークフローを使用して同等の検量線を生成しました。これらの分光光度計で付属の MicroLab Quant ソフトウェアを同じ方法で使用して、測定した標準溶液のスペクトルを処理しました。どちらの分光光度計でも、分析メソッドを 10 分未満で生成できます（MicroLab ソフトウェアによる標準溶液の測定からピーク面積の選択まで）。その後、図 8 のとおり、各サンプル測定の色分けした結果を 1 分未満で取得します。市販の手指消毒剤サンプルのエタノール濃度の定量結果は、いずれの分光光度計でも 79 % w/w です。

表 7. WHO が推奨するアルコールベースの手指消毒剤の配合。残りの量は滅菌水です。

成分	パーセンテージ (% v/v)
エタノール	80
過酸化水素	0.125
グリセロール	1.45

表 8. 手指消毒剤の標準溶液のエタノール濃度

エタノール濃度 (% w/w)
0
1.07
5.62
10.17
62.54
84.51

表 9. Agilent Cary 630 FTIR-ATR および 635 FTIR-ATR 分光光度計を用いた成分定量の実験パラメータ

パラメータ	値
メソッド	成分
モード	吸光
スペクトル範囲	650～4,000 cm^{-1}
バックグラウンド/サンプルスキャン回数	32
スペクトル分解能	4 cm^{-1}

MicroLab				A
 Status: Ready		User:	admin	
		Result:	635 Commercial Hand Sanitizer	
Results:				
Name	Value	Low Threshold	High Threshold	
Ethanol	79			

MicroLab				B
 Status: Ready		User:	admin	
		Result:	630 Commerical Hand Sanitizer	
Results:				
Name	Value	Low Threshold	High Threshold	
Ethanol	79			

図 8. 市販の手指消毒剤サンプルに含まれるエタノールの定量結果。(A) Agilent Cary 635 FTIR 分光光度計、(B) Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計で取得

結論

Agilent Cary 635 FTIR および Cary 630 FTIR 分光光度計の結果を比較したところ、薬局方内の主要アプリケーション（スペクトルの生成、化合物の同定、物質の定量）で共通の手法を使用すれば、一貫した結果を得られることがわかりました。

Cary 635 FTIR は Cary 630 FTIR と同じモジュール式设计、堅牢性、使いやすさという特長を備えているだけでなく、IR 光源の強度が高いため、感度と S/N 比がより優れています。このため規制環境下で運用しているユーザーは、安心して Cary 635 FTIR にアップグレードできます。Cary 630 FTIR からワークフローを直接移行でき、ルーチン分析の一貫性と信頼性を維持できることがわかっているためです。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE-015989

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2026
Printed in Japan, August 20, 2026
5994-9408JAJP