

フーリエ変換赤外分光法による エリトロ-2-アミノ-1-フェニルプロパン-1-オール塩酸塩と 4'-ヒドロキシアセトアニリドの混合割合の推定

早川彬*, 堀田佳江*, 廣瀬達也*, 中村文雄*

Estimation of the Weight Ratio of Erythro-2-amino-1-phenylpropan-1-ol hydrochloride and 4'-Hydroxyacetanilide by Fourier Transform Infrared Spectrometry Method

Akira HAYAKAWA*, Yoshie HORITA*, Tatsuya HIROSE* and Fumio NAKAMURA*

*Osaka Customs Laboratory

4-11-28 Nankohigashi, Suminoe-ku, Osaka 559-0031 Japan

We investigated a simple and rapid method for determining the weight ratio of erythro-2-amino-1-phenylpropan-1-ol (PPA) in mixtures of PPA hydrochloride and 4'-hydroxyacetanilide (acetaminophen) by Fourier Transform Infrared Spectrometry (FT-IR). The relationship between the absorbance ratio due to PPA hydrochloride and acetaminophen and the weight ratio exhibited good linearity. It was thus found that the FT-IR method can be used to determine the weight ratio of PPA in mixtures of PPA hydrochloride and acetaminophen simply and rapidly.

1. 緒 言

2. 実 験

エリトロ-2-アミノ-1-フェニルプロパン-1-オール（フェニルプロパノールアミン、以下、PPA）は覚せい剤原料を指定する政令第二号により覚せい剤原料に指定されている。しかし、PPAとして50%以下を含有する物は除かれていることから定量分析を行う必要がある。PPAの定量法としては、税関分析法によりガスクロマトグラフ法、また一般的に、高速液体クロマトグラフ法で行うことが知られている。しかし、PPAとして規制対象となっている50%という値はかなり大きく、PPA含有率が50%を大きく下回る物もあるため、そうした物に対してフーリエ変換赤外分光法（FT-IR法）を用いることによりスクリーニング的に該非の判断ができるのではないかと考えた。

そこで、本研究では、感冒薬として混合されていた事例のあるPPA塩酸塩（PPA HCl）と4'-ヒドロキシアセトアニリド（アセトアミノフェン）との二成分系においてFT-IR法を用いたPPAの簡便かつ迅速な定量法を検討したので報告する。

2. 1 試料

DL-フェニルプロパノールアミン塩酸塩（東京化成）
4'-ヒドロキシアセトアニリド（東京化成）

2. 2 装置

FT/IR-6200型フーリエ変換赤外分光光度計（日本分光(株)製）

2. 3 実験

2. 3. 1 赤外吸収スペクトルの測定と吸光度比の算出

PPA HCl、アセトアミノフェン及びPPA含有率約50%の標準混合試料の赤外吸収スペクトルをそれぞれFig.1～3に示した。

吸収特性ピークとして、PPA HCl由来のCO伸縮振動の1030 cm⁻¹の吸収ピークとアセトアミノフェン由来のCH面外変角振動の837 cm⁻¹の吸収ピークを選択した。

選択したピークに対し、Fig.4に示したようにベースラインを引いて、各ピークの吸光度を補正し、それらの比を吸光度比とした。

* 大阪税関業務部分析部門 〒559-0031 大阪府大阪市住之江区南港東 4-11-28

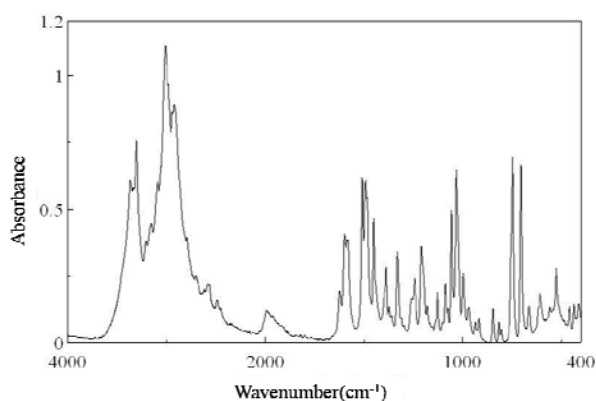


Fig.1 Infrared spectrum of PPA HCl

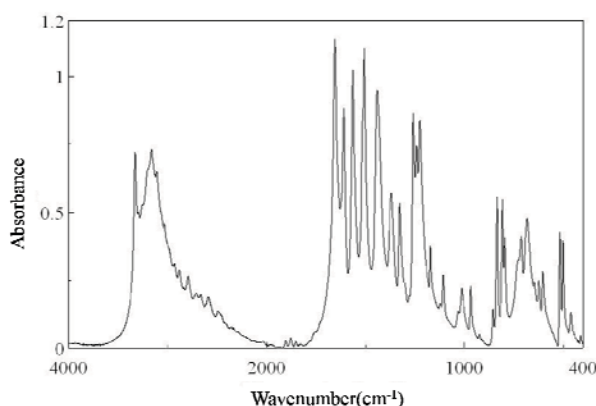


Fig.2 Infrared spectrum of acetaminophen

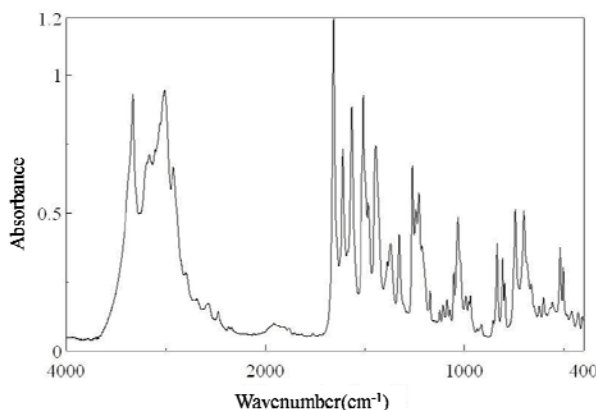


Fig.3 Infrared spectrum of mixtures of PPA HCl and acetaminophen (Weight ratio of PPA:50.1 %)

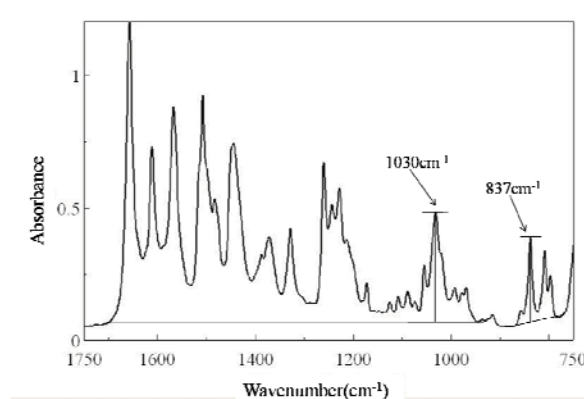


Fig.4 Enlargement of infrared spectrum of Fig.3

2. 3. 2 吸光度比の繰り返し精度と検量線の作成

PPA の重量割合が正確に同一となる標準混合試料を作成するために、PPA HCl 及びアセトアミノフェンの合計濃度が 1 mg/ml となり、溶質中の PPA 含有率が約 40~60 %となるような 5 種類の標準混合試料エタノール溶液を調製した。その溶液 1 ml をめのう乳鉢中の KBr 粉末 70 mg に滴下し、そのまま 105 °C で 1 時間乾燥させた。乾燥後、よく粉砕、混合し、KBr 錠剤を成型した (試料 1 mg/KBr 70 mg)。

これらの KBr 錠剤を用いて、各 PPA 重量割合の標準試料の赤外吸収スペクトルを測定し、吸光度比の繰り返し精度を確認した。

また、各 PPA 重量割合の標準試料の吸光度比の 5 回の平均値を用いて、検量線を作成した。

なお、FT-IR 法は、吸光度と透過率の関係より、適度な透過率下での測定が望ましく、吸光度が 0.25~0.70 の範囲にあると測定精度がよいとされる¹⁾。そこで、今回は、各標準混合試料における選択ピークの吸光度が大きくばらつくことなく、1030 cm⁻¹ のピークの吸光度が約 0.4~0.7、837 cm⁻¹ のピークの吸光度が約 0.3~0.45 の範囲内にあることを確認して、赤外吸収スペクトルの測定を行った。

2. 3. 3 模擬混合試料の定量

PPA HCl 31.044 mg 及びアセトアミノフェン 18.972 mg をそれぞれ秤量し、PPA 含有率 49.9 %の模擬混合試料を調製した。模擬混合試料は、よく混合、粉砕した後、従来の固体試料の測定方法同様、KBr 粉末と混合し、KBr 錠剤を成型し (試料 1 mg/KBr 70mg)、赤外吸収スペクトルを測定した。そして、上記検量線を用いて PPA の定量を行った。

3. 結果及び考察

3. 1 FT-IR 法

3. 1. 1 赤外吸収スペクトルの繰り返し精度及び検量線の作成

各 PPA 重量割合の標準混合試料 5 検体について、吸光度比の測定結果を Table1 に示した。吸光度比の繰り返し精度は、いずれも変動係数 (C.V.) は 3 % (n=5) 未満で良好である。

次に、PPA HCl とアセトアミノフェンの重量比と吸光度比から

作成した検量線を Fig.5 に示した。相関係数 R^2 は 0.996 と良好な相関関係が得られた。

Table1 Repeatability of absorbance ratio ($1030\text{cm}^{-1}/837\text{cm}^{-1}$) on each weight ratio of PPA

	Weight ratio of PPA(%)				
	Weight ratio of PPA HCl/Acetaminophen				
	40.0	44.9	50.1	54.8	59.7
	0.986	1.261	1.644	2.132	2.868
1	0.9536	1.1304	1.3465	1.6433	2.1181
2	0.9969	1.1314	1.3329	1.6870	2.0779
3	1.0175	1.1199	1.3369	1.6474	2.1527
4	0.9927	1.1434	1.2908	1.6546	2.1076
5	0.9622	1.1237	1.2845	1.6261	2.1254
Mean	0.9846	1.1298	1.3183	1.6517	2.1163
S.D.	0.0263	0.0090	0.0285	0.0224	0.0272
C.V.	2.67 %	0.80 %	2.16 %	1.35 %	1.29 %

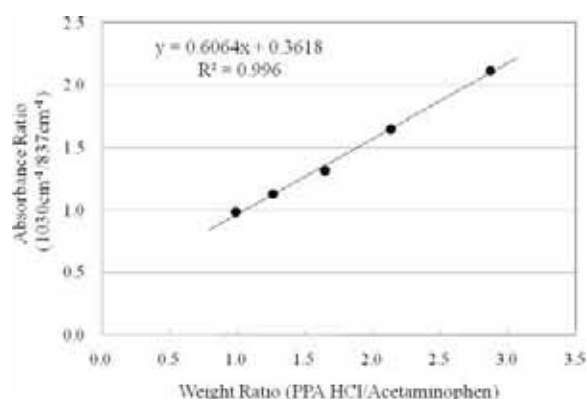


Fig.5 Relationship between absorbance ratio and weight ratio of PPA HCl and acetaminophen

3. 1. 2 模擬混合試料の定量

測定は 5 回行い、上記の検量線を用いて定量し、その平均を求めた。同操作を 5 日間行った結果を Table2 に示した。

吸光度比の繰り返し精度は、 $CV=0.48\%$ ($n=5$) で良好であるが、PPA 含有率は 52.68 % となり、2.69 % の差異が認められた。この差異は、模擬試料調製時の秤量誤差によるものと考えられる。

Table2 Repeatability of weight ratio of PPA

Sample:49.99 %	
Weight ratio of PPA(%)	
1	52.26
2	52.77
3	52.94
4	52.70
5	52.72
Mean	52.68 %
S.D.	0.25
C.V.	0.48 %

4. 要 約

PPA HCl とアセトアミノフェンの二成分系において、FT-IR 法による PPA の定量法を検討した。PPA HCl とアセトアミノフェン由来のピークの吸光度比と重量比の間には良好な相関関係が認められ、FT-IR 法での PPA の定量は、スクリーニング的に該非の判断を行うには有効と考えられる。

しかし、PPA 含有率が 50 % に近い値を示す試料については、従来法により PPA 含有率を確認することが望ましいと考えられる。

文 献

- 1) 泉美治、小川雅彌、加藤俊二、塩川二郎、芝哲夫監修：“機器分析のてびき”，P.103 (1980)，(化学同人)。