

Application News

No. A576

光吸収分析

錠剤成型用ミニ油圧プレスPixieを用いた KBr錠剤成形とコンパクトFTIRによる測定

KBr 錠剤法は、主に固体試料を透過法で測定するための手法です。この手法はハロゲン化アルカリが可塑性を持ち、圧力を受けると透明な板になるという性質を利用しています。透明で良好な KBr 錠剤を作製することは、良い赤外スペクトルを得るために重要です。

加圧のためのプレス機として、油圧プレスやミニハンドプレスがよく用いられます。油圧プレスは比較的簡単に加圧することが可能ですが、設置面積が大きく、ミニハンドプレスは加圧に多大な労力を要します。

そこで開発されたのが、人間工学に基づき設計された最大荷重 2.5 トンの小型油圧プレス Pixie (PIKE Technologies 社製) です。ミニハンドプレスのように多大な労力を必要とせず、わずかな力で簡便に使用することができます。Pixie は、幅 12.7 cm×奥行き 19.2 cm と設置面積が小さく、ドラフトチャンバー内での使用も可能です。また、圧力ゲージが見やすく、薬局方などいくつかのメソッドで標準化された手順によって作製された KBr 錠剤は均一で高品質なものとなり、スペクトルの再現性が得られる利点があります。

ここでは、Pixie を用いて作製した KBr 錠剤を、コンパクト FTIR IRSpirit™ により測定した結果を紹介します。

R. Fuji

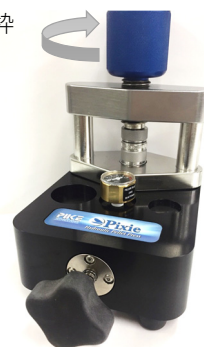
■ 2.5 トン小型油圧プレス Pixie

図 1 に Pixie の外観を、図 2 に加圧の様子を示します。加圧は、上部青色のノブを締めて錠剤成形枠が動かないように固定した後、手前の油圧プレスノブを回して行います。圧力ゲージを確認しながら加圧の微調整が可能です。



図 1 2.5 トン小型油圧プレス Pixie

① 錠剤成形枠を固定



② 加圧



図 2 加圧の様子

■ 試薬の確認試験

図 3 に示すコンパクト FTIR (IRSpirit) と、FTIR 制御ソフトウェア LabSolutions™ IR に標準搭載の日本薬局方確認試験プログラムを用いて、コール酸ナトリウム水和物の確認試験を行いました。測定条件を表 1 に示します。ここでは、図 4 に示す KBr Cuttings (3×3×0.75 mm) と、錠剤成形器の 7 mm ダイセットを用いて錠剤成形を行いました。成形方法の詳細については Application News No. A536¹⁾をご参照ください。

日本薬局方確認試験プログラムには多様な試験方法に対応するための 3 つの機能があります。1 つ目は確認事項として 10 点までのピーク位置を指定できる「ピーク検出」、2 つ目は目視にてスペクトル比較を行うための「スペクトル出力」、3 つ目は「スペクトル出力」に加えて 10 点までのピーク位置と 4 点までのピーク強度比を指定できる「レポート作成」です。各機能の詳細については Application News No. A454²⁾をご参照ください。



図3 コンパクト FTIR IRSpirit™

表1 測定条件

装置	: IRSpirit-T (KRS-5 窓板)
分解	: 2 cm ⁻¹
積算回数	: 40
アポダイズ関数	: SqrTriangle
検出器	: DLATGS

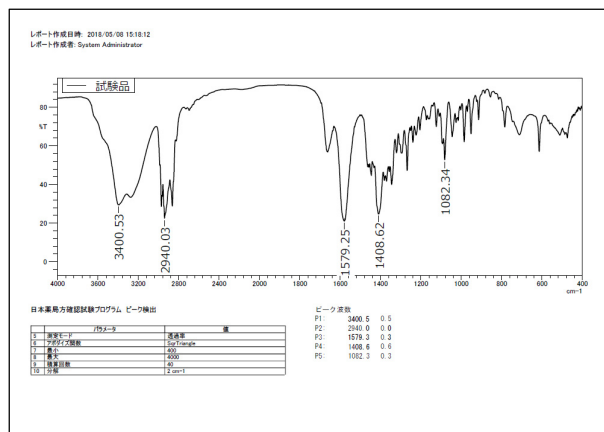


図6 確認試験の結果



図4 KBr Cuttings

確認試験の結果、測定で得られた測定試料の赤外スペクトルにおいて、波数 3400.5 cm⁻¹、2940.0 cm⁻¹、1579.3 cm⁻¹、1408.6 cm⁻¹ 及び 1082.3 cm⁻¹ の吸収を確認することができました。指定したピークとのずれは最大で 0.6 cm⁻¹ と良好な結果が得られました。

■まとめ

小型油圧プレス Pixie を用いることで、わずかな力で簡単に、良好な KBr 錠剤を作製できました。日々のルーチン分析等で多数の検体を扱う場合なども、Pixie は便利に使用できるプレス機です。

日本薬局方において、コール酸ナトリウム水和物の確認試験法は、「本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3400 cm⁻¹、2940 cm⁻¹、1579 cm⁻¹、1408 cm⁻¹ 及び 1082 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。」と定められています³⁾。KBr Cuttings を用いて錠剤を成形し、日本薬局方確認試験プログラムの「ピーク検出」の機能を利用して確認試験を行いました。図5に測定試料、図6に確認試験の結果を示します。

【測定内容】

測定試料：コール酸ナトリウム水和物
測定手法：KBr 錠剤法



図5 測定試料

参考文献

- 1) Application News No. A536 「KBr 錠剤成形用の簡易 KBr プレート KBr Cuttings のご紹介」
- 2) Application News No. A454 「日本薬局方確認試験プログラムによるガラクトースとキシリトールの測定」
- 3) 厚生労働省 「第十七改正日本薬局方」

IRSpirit および LabSolutions は、株式会社 島津製作所の商標です。
本文書に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。
なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2018年5月

島津コールセンター ☎0120-131691
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。