SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

No. A536

光吸収分析

KBr 錠剤成形用の簡易 KBr プレート KBr Cuttings のご紹介

KBr 錠剤法は主に固体試料を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。錠剤成形に用いられるハロゲン化アルカリとしては臭化カリウム（KBr）が最も一般的ですが、塩化カリウム（KCl）やヨウ化セシウム（CsI）が用いられることもあります。従来この手法では、KBr と測定試料をメノウ製乳鉢でそれぞれ粉砕した後、適切な濃度になるよう混合して加圧し錠剤成形を行っていました。しかしながら、粉砕した KBr は結晶状態と比較して吸湿しやすく、また乳鉢からのコンタミの恐れもありました。さらに加圧成形は分析者の負担になる作業であり、濃度調整にも時間を要していました。

本稿でご紹介する KBr Cuttings を使用すると、面倒であった KBr をすり潰す手間やメノウ製乳鉢を用いた試料との混合作業は不要です。KBr Cuttings は KBr の結晶をカットしたプレートです。2 枚の KBr プレートの間に測定したい試料を挟んで錠剤成形器にセットして加圧するだけで、良好な KBr ディスクが作製できます。

ここでは、KBr Cuttings を用いた錠剤成形の手順および医薬品の確認試験を行った分析例をご紹介します。

R. Fuji

■使用した KBr Cuttings

材質：KBr
形状：3×3×0.75 mm

図 1　KBr Cuttings

図 1 に、KBr Cuttings の製品写真を示します。KBr Cuttings の形状は、3×3×0.75 mm あるいは 5×5×1 mm のいずれかです。

■KBr Cuttings の使用手順

【使用器具】
錠剤成形器：7 mm ダイセット
プレス機　：10 トン油圧プレス

手順：
①7 mm ダイピン上に KBr プレート 1 枚をセットします。
②KBr プレート上に試料を乗せます。
③錠剤成形枠（7 mm カラー）をセットします。
④試料の上にもう 1 枚の KBr プレートをセットします。
⑤もう一方の 7 mm ダイピンをセットします。
⑥油圧プレス機で圧力をかけます。
⑦圧力を解除して加圧棒を取り除きます。
⑧7 mm ダイピンを外すと、錠剤成形枠内に透明なディスクが出来上がります。

図 2 に各手順の写真を示します。

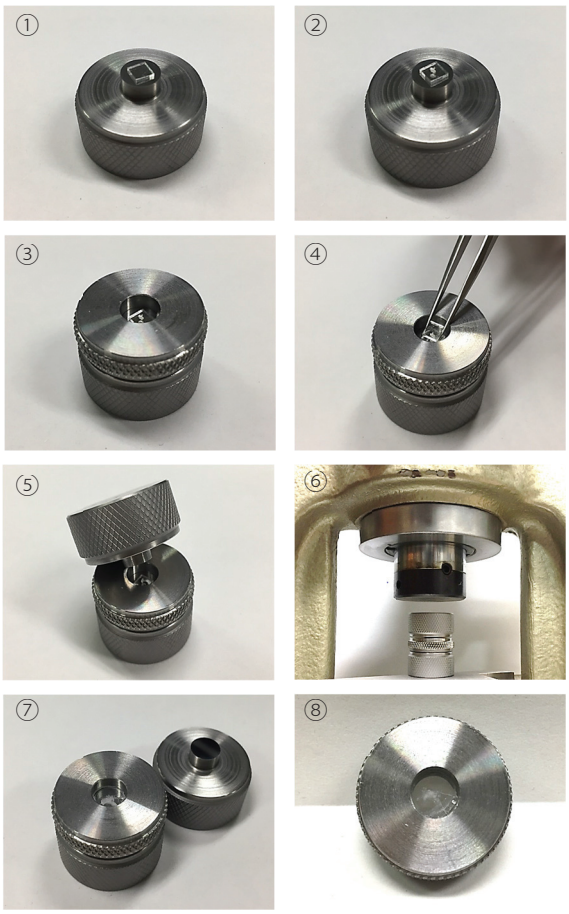

図 2　KBr Cuttings の使用手順

■医薬品の確認試験

日本薬局方は、わが国の医薬品の品質を適正に確保するために必要な規格・基準及び標準的試験法等を示す公的な規範書です。本書の通則によれば、「確認試験とは医薬品又は医薬品中に含有されている主成分などを、その特性に基づいて確認するための試験」です。FTIR を用いた確認試験では、試料の吸収スペクトルと標準品の吸収スペクトルを比較し、両者のスペクトルが同一波数のところに同様の強度の吸収を与えるとき、試料と標準品の同一性が確認されるとされています。測定方法としては、臭化カリウム（KBr）錠剤法又は塩化カリウム（KCl）錠剤法、溶液法、ペースト法、液膜法等の透過法が一般的ですが、第十七改正ではモンテルカストナトリウムや精製ヒアルロン酸ナトリウム点眼液など、一部の医薬品に対して ATR 法も認められました [1)]。

当社製 FTIR の制御ソフトウェア LabSolutions IR には、日本薬局方確認試験プログラムが標準搭載されています。日本薬局方医薬品各条では成分ごとにそれぞれの試験方法が定められているため、本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. A454[2)] をご参照ください。

今回は、精神安定剤や血圧降下剤として用いられるレセルピンの確認試験を実施しました。日本薬局方においてレセルピンの確認試験法は、「本品を乾燥し、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試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したレセルピン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。」と定められています [1)]。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「レポート作成」の機能を利用して確認試験を行いました。図 3 に測定試料写真、図 4 に確認試験の結果を示します。

【測定内容】
対象成分：レセルピン
試験法　：第十七改正日本薬局方
測定手法：KBr 錠剤法

図 3　測定試料

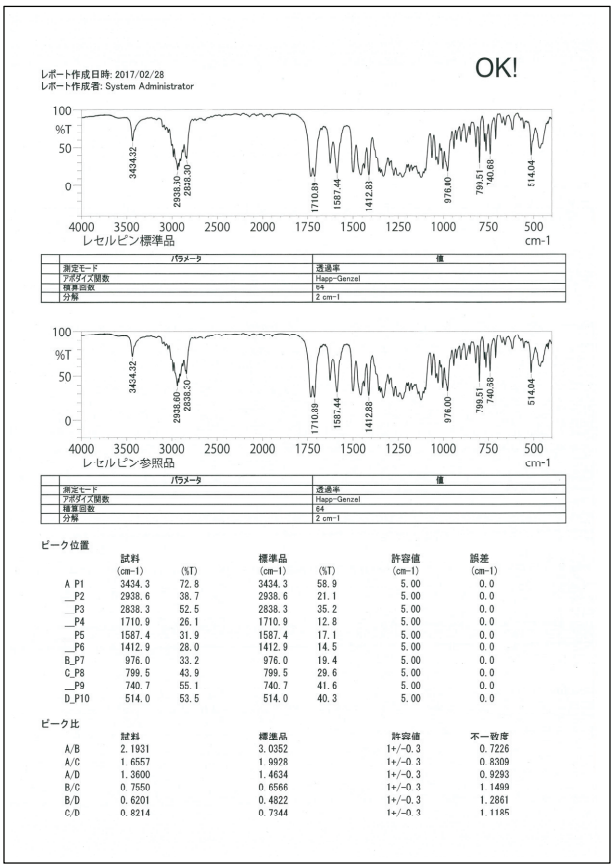

図 4　確認試験の結果

標準品と参照品のスペクトルを比較して合否判定を行った結果、図 4 右上に示されたとおり合格であることが確認できました。

■まとめ

KBr Cuttings を使用することで、短時間で容易に日本薬局方の確認試験を行うことができました。KBr Cuttings は微量の試料を感度良く測定するためのツールとして、確認試験に限らず異物分析や成分分析にもご利用いただけます。

参考文献：
1) 厚生労働省「第十七改正日本薬局方」
2) 株式会社 島津製作所 Application News No. A454

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
島津コールセンター 0120-131691 (075) 813-1691

初版発行：2017 年 3 月

※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。