

Application News

No. A545

光吸收分析

IR Pilot 对辅料药的确认试验

本次发布的 IRSpirit 是一款紧凑的 FTIR，它结合了同类最佳的 SN 比和最高的分辨率（图 1）。我们采用了独特的设计，可以双向摆放，整机尺寸为 390 (W) × 250 (D) × 210 (H) mm，小于 A3 尺寸，因此可放置在狭窄空间。除了用于透射测定的附件，如液体池和 KBr 压片，还有一些功能，您可以使用现有的配件，如一次反射型 ATR 测定装置和漫反射测定设备，以及市售配件。

此外，在进行 IRSpirit 系列的装置控制、数据解析的软件 LabSolutions IR 中，有一个专用程序（IR Pilot），能简便地执行 4 种测定和解析，如确认试验、异物解析、定量分析、膜厚测定。该功能仅根据画面的指示进行操作，按照正确的步骤，即可进行测定、解析、直至打印。标准配备 23 个专用程序，对于常用程序，能在主菜单中注册至 4 个。

本次介绍使用 IR Pilot 进行的确认试验。

S. Iwasaki



图 1 小型 FTIR IRSpirit 的外观

药物的确认试验

“醋酸羟丙甲纤维素琥珀酸酯”是用作肠溶包衣剂和固体分散基质的药物之一。日本药典（JP）和 US National Formulary（NF）法定书中记载了试验法等。图 2 表示结构式。

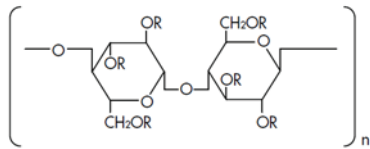


图 2 醋酸羟丙甲纤维素琥珀酸酯的结构式

在第十七次修订的日本药典中，仅一般试验法中记载的 ATR 法也作为医药品各条中的确认试验进行了记载。醋酸羟丙甲纤维素琥珀酸酯是清楚记载了 ATR 法的药物之一，规定了“按照红外吸收光谱 ATR 法测试时，在以下 5 个波数处有吸收。在波数 2840cm⁻¹、1737cm⁻¹、1371cm⁻¹、1231cm⁻¹ 以及 1049cm⁻¹ 附近允许吸收”¹⁾。

一次反射型 ATR 测定装置 QATR-S

测定时使用了与 IRSpirit 一体式的 ATR 测定装置 QATR-S。因为它是一个集成的模型，除了具有智能设计之外，还有一个优点是样本的设置空间宽并且可以在不切割的情况下测定大样本。晶体可以选择金刚石、锗。由于是内置扭矩限幅器的摆动式压板结构，所以，无需担心损伤晶体。仅能安装在 IRSpirit 上。



图 3 安装有 ATR 测定装置 QATR-S 的 IRSpirit

IR Pilot 进行的确认试验

使用 IR Pilot 时，仅回答①目的、②测定方法、③使用附属品、④样本的种类 4 个问题，即可简单地目标样本的测定、解析、直至打印。此处，使用 IR Pilot，实施了“醋酸羟丙甲纤维素琥珀酸酯”的确认试验。表 1 中表示测定条件。

表 1 分析条件

装置	: IRSpirit-L (KBr 光阑板)、 QATR-S (宽带金刚石圆盘)
分辨率	: 2 cm ⁻¹
累积次数	: 45
切趾函数	: Sqr Triangle
检测器	: LiTaO ₃

启动 IR Pilot 后，光谱测定画面增大，自动开始装置的初始化。首先，在图 4 所示的主菜单中，选择分析目的——“确认试验”。接下来，选择是否是对应药典的测定。对于对应于药典的测试，自动设定分辨率 2cm⁻¹，在这以外的情况下，自动设定分辨率 4cm⁻¹。



图 4 主菜单

接着可以在测定方法选择画面（图5）中选择测定方法，QATR-S自动被装置识别并应用ATR法，所以，跳过图5进入图6的ATR晶体选择画面。选择ATR晶体后，自动设定测定范围。本次使用了能测定4000~400cm⁻¹的金刚石晶体。之后，由于按照背景测定、样品测定的顺序进行程序，所以，按照导航设置样本。



图5 测定方法选择画面



图6 ATR晶体选择画面

测定结果如图7所示。如日本药典规定，在波数2837cm⁻¹、1736cm⁻¹、1371cm⁻¹、1231cm⁻¹以及1048cm⁻¹附近确认了峰值。

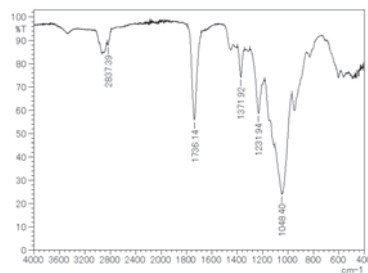


图7 醋酸羟丙甲纤维素琥珀酸酯的测定结果

测定结束后，选择数据处理（图8）。能进行ATR校正、峰值检测、峰值比计算、一致度计算。此处，选择了“峰值检测”。



图8 数据处理选择画面

显示结果后，选择是否打印。如图9所示的打印图例，显示测定样本的光谱和数据处理的结果。最后，您可以在程序注册屏幕的主菜单中注册一系列流程（图10），从下一次开始缩短选择项目，这样您就可以更轻松地实施该程序。

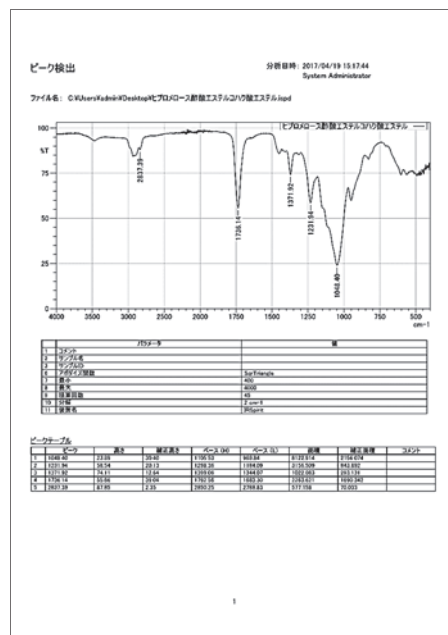


图9 印刷图例

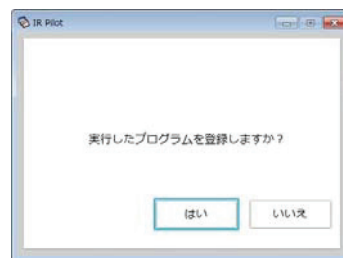


图10 程序的注册画面

■ 总结

在此，进行了醋酸羟丙甲纤维素琥珀酸酯的测定。通过IR Pilot，从参数的设定、背景测定、样品测定、数据处理、直至打印，能自动且简单地实施测定试验。初次使用FTIR的人员和进行例行测定的人员使用IR Pilot时，也能按照正确的步骤更加便捷地使用IR Spirit。您值得一试。

谢辞：

样本由“信越化学工业株式会社 有机合成事业部”提供。非常感谢您的合作。

参考文献

1): 厚生劳动省“第十七修正版日本药典”



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2017年12月