

Application News

No. A576

光吸收分析

使用岛津紧凑型 IRSiprit 和 Pixie 小型压片机对药物进行压片法测定

KBr 压片法主要用于通过透射法测定固体样品的方法。该方法利用了碱性卤化物具有可塑性，在受到压力时会变成透明板的性质。压成透明度良好的片子对于获得好的红外光谱来说是非常重要的。

压力机经常使用油压和小型手动压力机。油压压力机比较简单地加压，但是，设备面积大，小型压力机在加压时需要很大的力度。

因此，Pixie 压片机基于人体工程学设计了最大负荷 2.5 吨的小型油压压力机 (PIKE Technologies 公司制造)。可以省力，简便地使用。Pixie 压片机面积小，宽 12.7cm，高 19.2cm，可以在通风橱内使用。此外，按药典等标准方法可以压成均匀、高质量的片子，能获得重复性好的光谱。

本文对使用 IRSpirit™ 测试 Pixie 压片的样品进行介绍。

R. Fuji

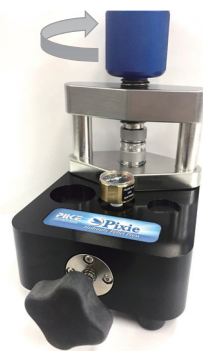
■ 2.5 吨小型油压压力机 Pixie

Pixie 的外观如图 1 所示，加压的情况如图 2 所示。首先旋转顶部蓝色旋钮固定机器，然后旋转前部的旋钮进行加压。通过检查压力表可以进行精细的压力调节。



图 1 2.5 吨小型油压压力机 Pixie

①固定旋钮



②加压



图 2 加压的情况

■ 化学物质的确认试验

使用图 3 所示的紧凑型 IRSiprit 和 LabSolutions™ IR 软件中标配的药典报告程序 (日本药典认可程序) 对水合胆酸钠做进行确认试验。测定条件如表 1 所示。使用图 4 所示的 KBr Cuttings (3×3×0.75 mm) 和压成 7mm 的样品。关于压片方法的详情，请参照 Application News No.A536¹⁾。

药典报告程序中具有 3 个功能。第 1 个是“峰检测”，指定多达 10 个峰值位置作为标识项。第 2 个是“输出光谱”，通过目视进行光谱比较，第 3 个是，除了指定 10 个峰值位置和 4 个峰值强度比的“光谱输出”，还能生成报告。关于各功能的详情，请参照 Application News No.A454²⁾。



图 3 紧凑 FTIR IRSpirit™

表 1 测定条件

装置	: IRSpirit-T (KRS-5 窗片)
分辨率	: 2 cm ⁻¹
扫描次数	: 40
切趾函数	: SqrTriangle
检测器	: DLATGS



图 4 KBr Cuttings

在日本药典中,胆酸钠水合物的确认方法规定为“关于本品,通过溴化钾压片法进行红外光谱测定时,在波数 3400 cm⁻¹、2940 cm⁻¹、1579 cm⁻¹、1408 cm⁻¹ 附近有吸收峰。”³⁾。使用 KBr Cuttings 压片,利用药典报告程序的“峰值检测”功能进行了确认试验。测定样品如图 5 所示,确认试验的结果如图 6 所示。

【测定内容】

测定样品: 胆酸钠水合物

测定方法: KBr 压片法



图 5 测定样品

IRSpirit 以及 LabSolutions 是岛津制作所株式会社的商标。本文中记载的公司名称、产品名称、服务标志和 Logo 是各个公司的商标和注册商标。此外,本文中可能对“TM”和“®”进行了省略。

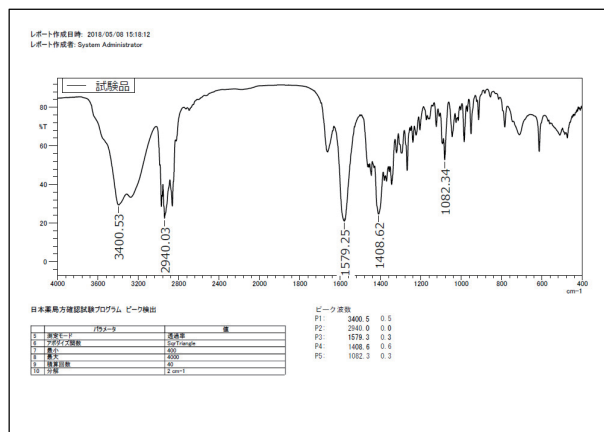


图 6 确认试验的结果

确认试验的结果为,测定得到的样品红外光谱,可确认波数 3400.5 cm⁻¹、2940.0 cm⁻¹、1579.3 cm⁻¹、1408.6 cm⁻¹ 以及 1082.3 cm⁻¹ 的吸收峰。与指定峰值的偏离最大为 0.6cm⁻¹,得到了良好的结果。

■ 总结

通过使用小型油压压力机 Pixie, 仅用一点力就可以简单地制作良好的 KBr 压片。在日常分析中,很多样品需要分析时, Pixie 压片机也能对样品进行很好地测定。

参考文献

- 1) Application News No.A536 “KBr 压片成形用的简易 KBr 板 KBr Cuttings 的介绍”
- 2) Application News No.A454 “利用日本药典确认试验程序的半乳糖和木糖醇的测定”
- 3) 厚生劳动省 “第十七次修订的日本药典”



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: 2018 年 5 月