

Application News

No. A543

光吸收分析

KBr 片剂成型用简易 KBr 板 使用 KBr Cuttings 进行的食物异物分析

KBr 压片法是一种主要用于测量固体样品的方法。该方法利用了碱性卤化物的可塑性，并且在受压时会变成透明片的性质。片剂成型最常用的碱性卤化物为溴化钾 (KBr)，但偶尔也会用到氯化钾 (KCl) 和碘化铯 (CsI)。传统方法是使用玛瑙研钵分别将 KBr 和测量样品粉碎，然后以适当的浓度配比混合加压压片。但相较于结晶状态，粉末 KBr 更易吸湿，并且可能会混入污染物。此外，加压成型操作时，分析人员的劳动强度很大，浓度调整也需要较长的时间。

而使用 KBr Cuttings 没有繁琐的捣碎 KBr 过程，无需使用玛瑙研钵与样品进行混合研磨。KBr Cuttings 是将 KBr 结晶切断后的薄片。仅需将欲测量的样品夹在 2 张 KBr 板之间，设置在压片成型机上进行加压，便可制成良好的 KBr 压片。使用 KBr Cuttings 时，应使用透射法进行测定。相较于反射法和 ATR 法，透射法具有灵敏度高，信噪比好等优点。

Application News No.A536 中介绍了 KBr Cuttings 的使用步骤以及进行药物鉴别试验的分析例 1)。本文将为大家介绍使用 KBr Cuttings 进行的食物异物分析例。

R. Fujii

■ 所使用的 KBr Cuttings

材质: KBr

形状: $3 \times 3 \times 0.75$ mm



图 1 KBr Cuttings

KBr Cuttings 的产品照片如图 1 所示。KBr Cuttings 的形状尺寸为 $3 \times 3 \times 0.75$ mm 或 $5 \times 5 \times 1$ mm。

■ 食物异物分析

我们使用 KBr Cuttings 测量了质量检查过滤网收集的黑色异物。异物的实体显微镜图像如图 2 所示。使用分析设备为如图 3 所示的红外显微镜 AIM-9000。若在红外显微镜测量中使用 KBr Cuttings，可抑制样品表面光的散射引发的基线倾斜。此外，在测量具有光滑表面的薄样品时还能抑制干涉条纹的产生。设置 KBr 压片时的情况如图 4 所示。由于制作的 KBr 压片与 AIM-9000 样品台上的孔大小相同，因此只需放上去便可固定。测量条件如表 1 所示，测量结果如图 5 所示。

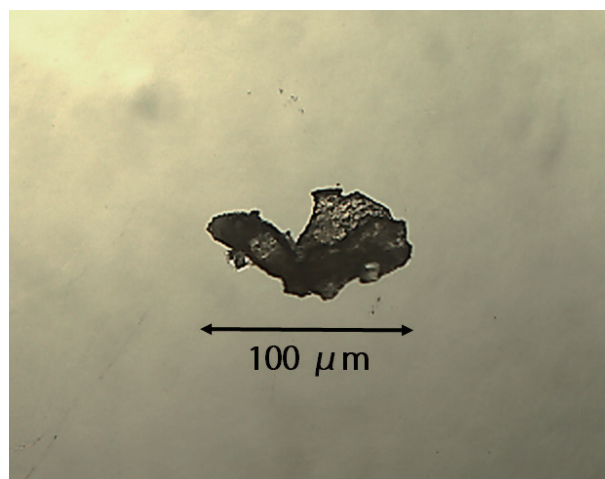


图 2 异物的实体显微镜图像



图 3 傅里叶变换红外分光光度计 IRTracer-100 和红外显微镜 AIM-9000

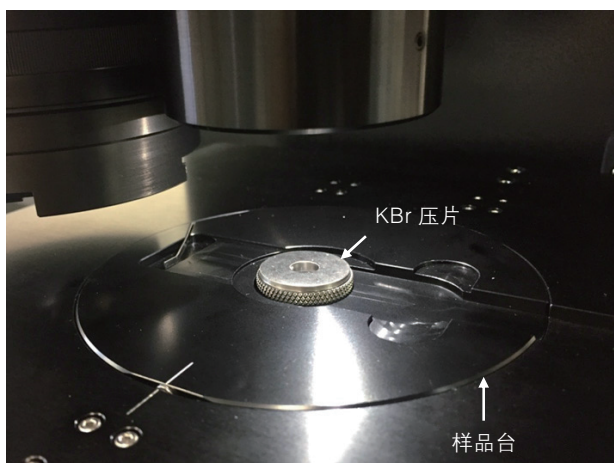


图 4 设置 KBr 压片时的情况

表 1 测量条件

装置	: IRTracer-100、AIM-9000
分辨率	: 8 cm^{-1}
扫描次数	: 40 次
切趾函数	: Happ-Genzel
检测器	: MCT
光阑尺寸	: $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$

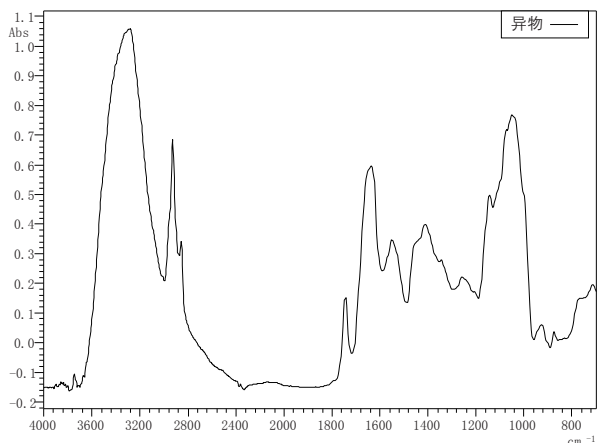


图 5 测量结果

在图 5 的测量结果中，于 3200 cm^{-1} 附近检测出了强烈的源于水分的 O-H 键的波峰。除此之外，还于 2800 cm^{-1} 附近检测出了 C-H 键、于 1750 cm^{-1} 附近检测出了含油食品中常见的 C=O 键、于 $1650 \sim 1550\text{ cm}^{-1}$ 附近检测出了可能源于蛋白质的酰胺基的波峰等。

■ 测量结果的解析

使用标配的 12,000 谱库，对异物进行了解析。解析结果如图 6 所示。

根据检索结果，表明异物为油、蛋白质以及淀粉的混合物。混合物均是一般食品中含有的成分，因此推测异物是食品的一部分。

在食品异物的分析中，发现的异物是食品的一部分，以及异物上有食品成分附着的情况并不在少数。如果属于后者，可在测量异物后，用水等溶剂溶解食品成分后再次进行分析。（但异物成分也有可能溶解，因此请务必在进行预处理前完成测量。）在异物分析中，为得到更为准确的定性结果，异物发现位置等信息以及通过光学显微镜进行外观观察所得到的信息也十分重要。

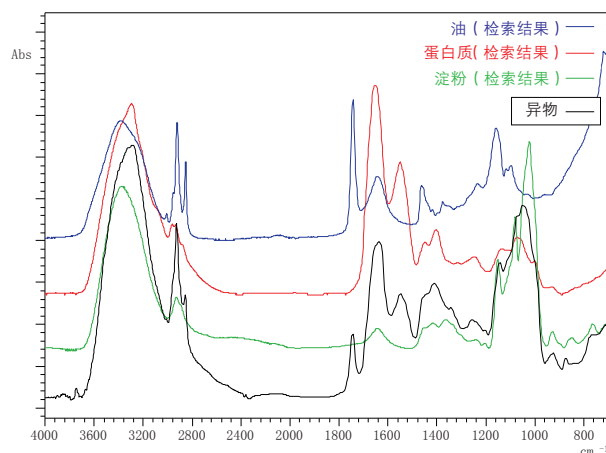


图 6 解析结果

■ 总结

本文对使用 KBr Cuttings 进行的食物异物分析进行了介绍。不同于以往的 KBr 压片法，使用该法可以轻松简单地进行测量。此外，KBr 切片不仅可用于红外显微镜测量，还能用于 FTIR 主机的透过测量。

参考文献

- 1) Application News No. A536
“供 KBr 片剂成型使用的简易 KBr 板 KBr Cuttings 的介绍”



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 8 月