

赤外分光法

今こそ聞きたい！
KBr錠剤法・プレート法のコツ

ジャスコエンジニアリング株式会社

FTIRにおける固体（粉体）試料の前処理

【KBr錠剤法】

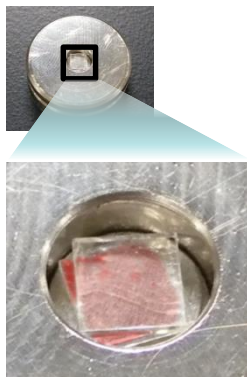
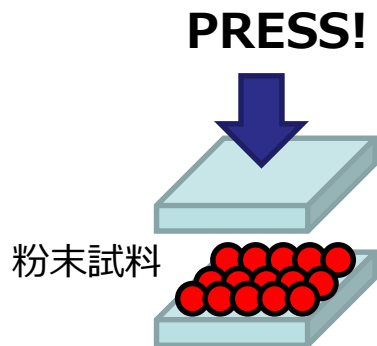
試料とKBrを粉碎、希釈混合して加圧成型（主にφ3mmを使用）



古くから用いられている標準かつメジャーな手法

【KBrプレート法】

試料をKBr板に挟んで加圧成型（φ5mmを使用）



吸湿性が高い試料や顕微測定向きの手法

お客様のお困りごと

- ① サンプルの分量が判らない
- ② どこまで加圧すればよいか判らない
- ③ 成形器が外しにくい
- ④ 成形器の洗浄に手間がかかる

KBr錠剤法・KBrプレート法用 成形器とプレス機を開発！



TabletMaster series

タブレットマスターシリーズ



成形終了
お知らせ機能付き！！



iTP-8(intelligent Tablet Press)

特殊硬質繊維製円板「ClearDisk」で錠剤を成型！

ClearDisk がディスポーザブルなので・・・

- ①多検体をまとめてサンプリング可能！
- ②測定後の試料を保存可能！
- ③同じ成型器でプレート法、錠剤法の両方が可能

リリースから早6年・・・ご好評の声に応じて

「TabletMaster」を用いたアプリケーションのご紹介

【FTIR本体によるマクロ測定】

- 1) KBrプレート法による粉末の透過測定
- 2) KBr錠剤法による粉末試料の透過測定
- 3) 液体の薄膜法測定
- 4) マクロATR法による微小試料測定への応用

【顕微FTIRによる測定】

- 1) 質の高いスペクトルの得られる顕微KBrプレート法
- 2) フィッシュアイ、微小ビーズのポイント測定
- 3) マッピング（イメージング）測定について



JASIS 2011、JASIS 2014にて報告

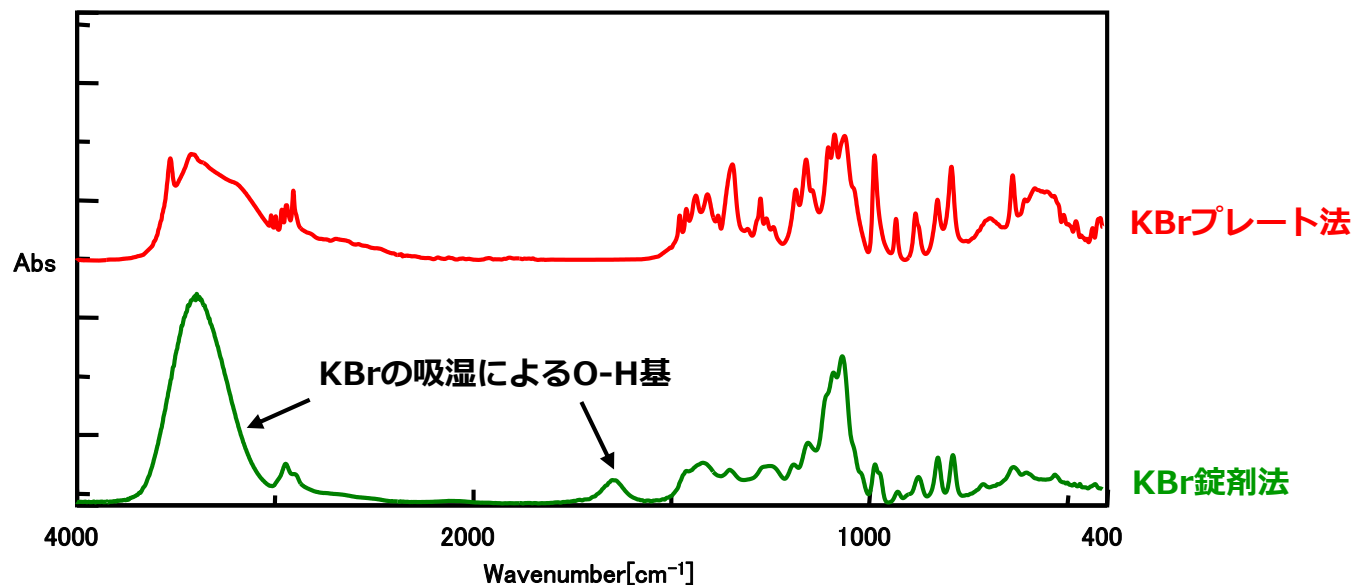
JASIS 2017は原点に立ち戻って

今こそ聞きたい！
KBr錠剤法・プレート法のコツ

KBr錠剤法とKBrプレート法の特徴

	スペクトルの 精度	日本薬局方	前処理のポイント	サンプリング時の 試料吸湿	KBrの吸湿の 影響	試料のOH 基評価
KBr錠剤法	◎	準拠	希釈剤と試料の濃度調節	あり	あり	×
KBrプレート法	○	非準拠	十分な試料の粉碎	ほぼなし	軽減	○

吸湿の影響を受けやすいフルクトース(果糖)の
測定法による波形の差異



こんなこと経験ありませんか？

KBr錠剤法 ありがちな事例

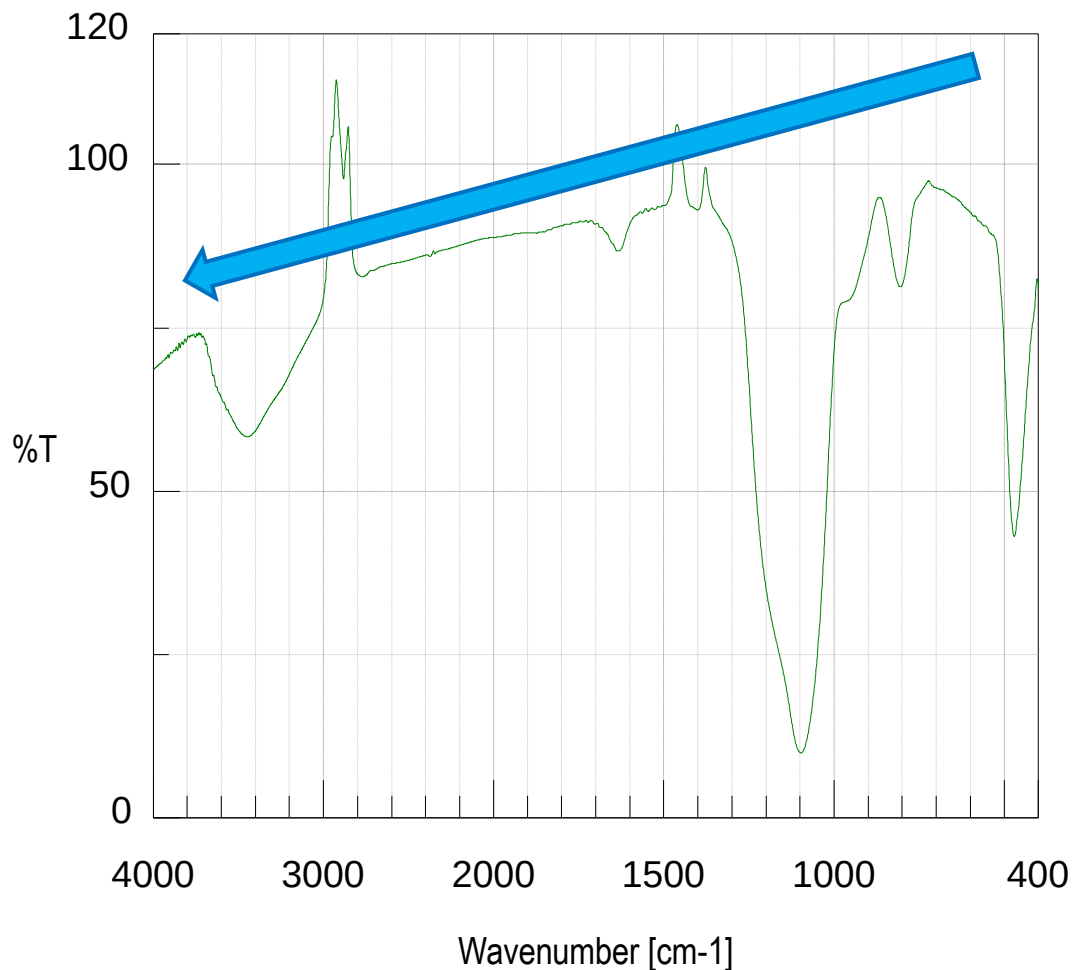
1. ベースラインが曲がる
2. 3800-3000、1700-1600 cm^{-1} に再現性の無いブロード(幅広)な吸収が検出される
3. 反転吸収が検出される

さらに！！ワンランク上の事例

- ① ピーク強度が鈍い (KBr錠剤法)
- ② スペクトル再現性が悪い (KBr錠剤法)
- ③ ピークの裾が尾を引いたように広がる (KBr錠剤法)
- ④ ピーク強度が鈍い (KBrプレート法)

KBr錠剤法 ありがちな事例

透過スペクトル：シリカ



- ① ベースラインが曲がる
- ② 3800-3000、1700-1600 cm⁻¹に再現性の無いブロード(幅広)な吸収が検出される
- ③ 反転吸収が検出される

【原因】

錠剤の曇り、色味の強い試料、
粒径の不揃い等による光の散乱

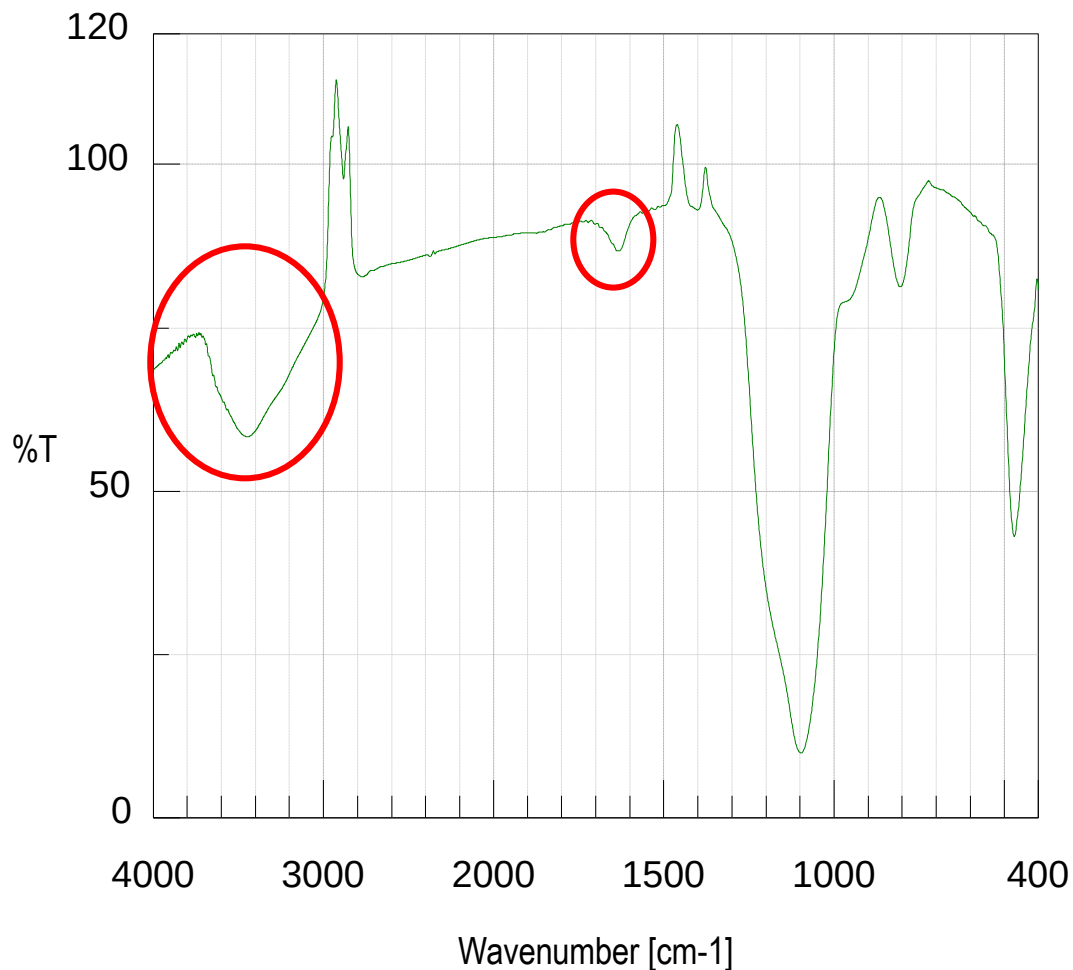
【対処】

よく粉砕を行う

KBrが曇らないうちに錠剤化し、
測定を行う

KBr錠剤法 ありがちな事例

透過スペクトル：シリカ



① ベースラインが曲がる

② 3800-3000、1700-1600 cm⁻¹に
再現性の無いブロード(幅広)な吸収
が検出される

③ 反転吸収が検出される

【原因】

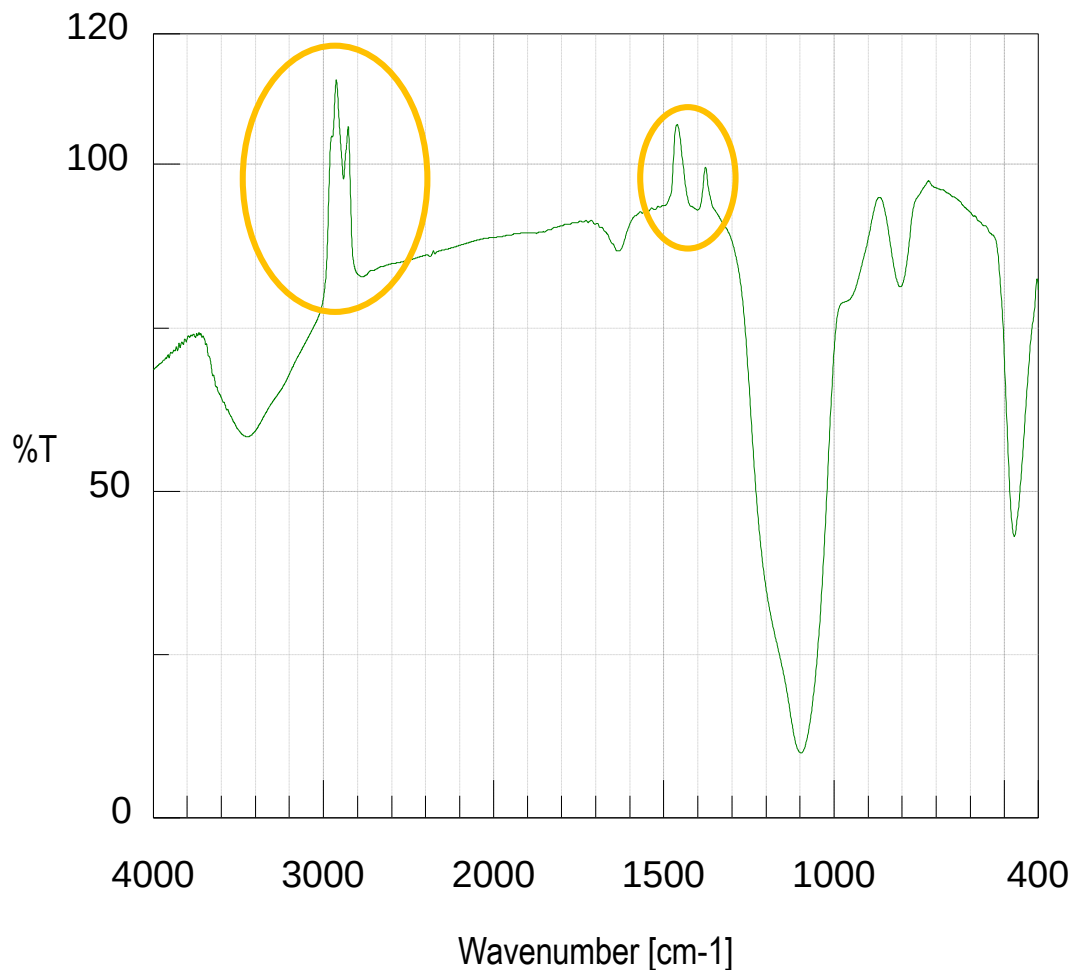
KBrに吸着した水(KBrの吸湿)のO-H基

【対処】

速やかにサンプリングを行う

KBr錠剤法 ありがちな事例

透過スペクトル：シリカ



- ① ベースラインが曲がる
- ② 3800-3000、1700-1600 cm^{-1} に再現性の無いブロード(幅広)な吸収が検出される

③ 反転吸収が検出される

【原因】

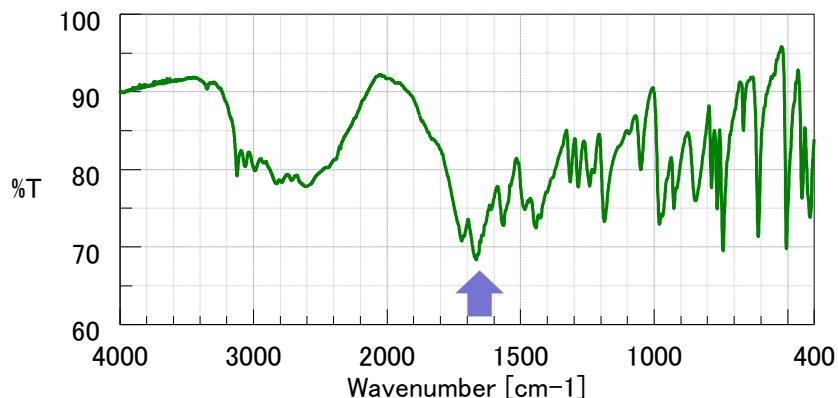
バックグラウンド錠剤の
コンタミネーション

【対処】

錠剤成形器、乳鉢等の器具を使用
前後に念入りに洗浄

ワンランク上の事例 ①ピーク強度が鈍い

ピークの伸びが鈍い例(一部ピークの鈍化)：テオフィリン



原因①

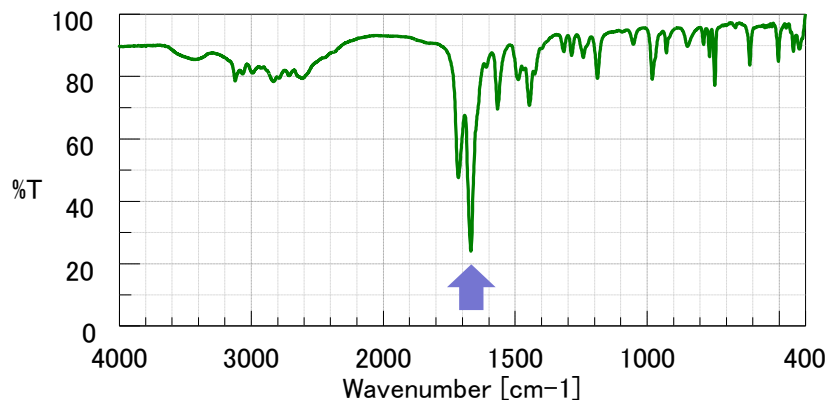
試料とKBrのすり潰しが不十分な場合

原因②

試料が均一に分散していない場合



良好なスペクトルが検出された場合



対処①：よくすり潰しましょう

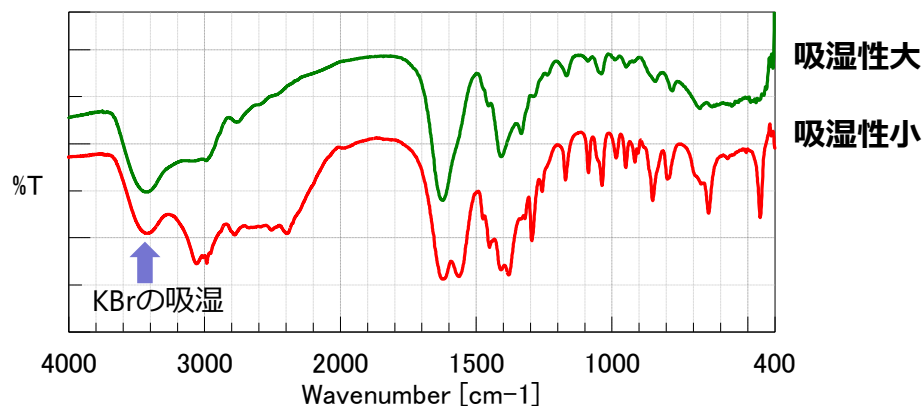
対処②：KBrと試料は3回程度繰り返し混合
しましょう

注意

吸湿の影響を軽減させるため作業は手短に！

ワンランク上の事例 ②スペクトル再現性が悪い

②-1：吸湿の影響を受けた例：L-プロリン(糖原性アミノ酸)



原因

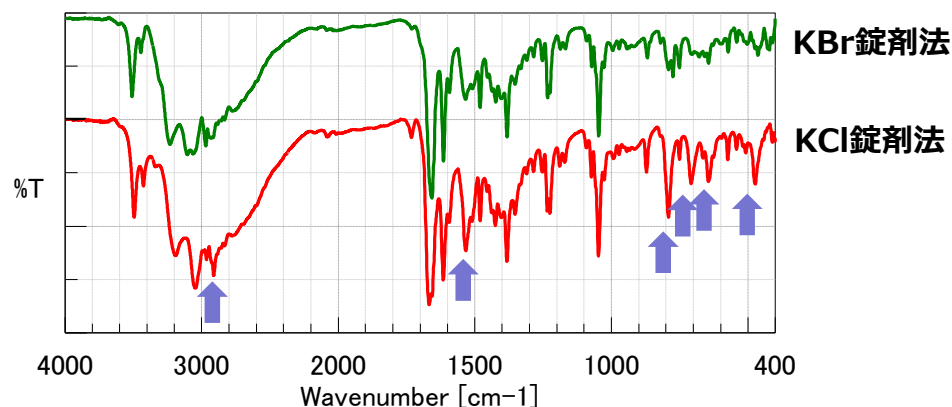
試料の吸湿

⇒KBrとの混合、加圧具合で吸湿の
進み方が異なる傾向があります

対処①：試料、KBrを十分乾燥させます

対処②：試料とKBrを軽く混和します

②-2：ハロゲン交換の影響を受けた例：塩酸チアミン(ビタミンB₁の塩酸塩)



原因

試料とKBrの化学反応

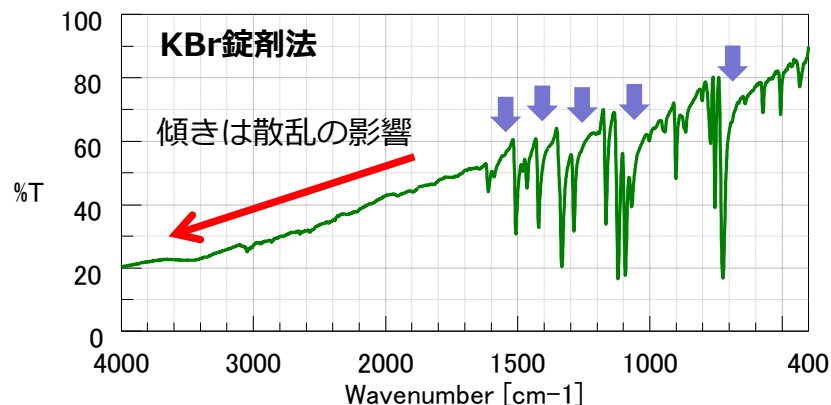
⇒KBrとの混合、加圧具合で反応
速度が異なる傾向有り

対処

塩素を含む物質は希釈剤にKClを
用います

ワンランク上の事例 ③ピークの裾が尾を引いたように広がる

③-1：低波数側の裾が尾を引いている例：銅フタロシアニン(α型)



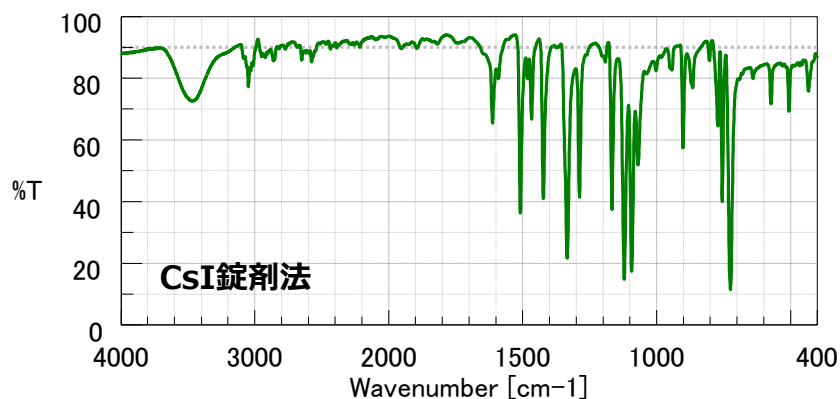
原因

試料の屈折率がKBr(1.5)よりも高い

⇒ 異常分散の影響

吸収帯での屈折率変動
高波数側では透過率が低下し低
波数側では高くなる現象

③-2：ヨウ化セシウム錠剤法で測定した場合



対処

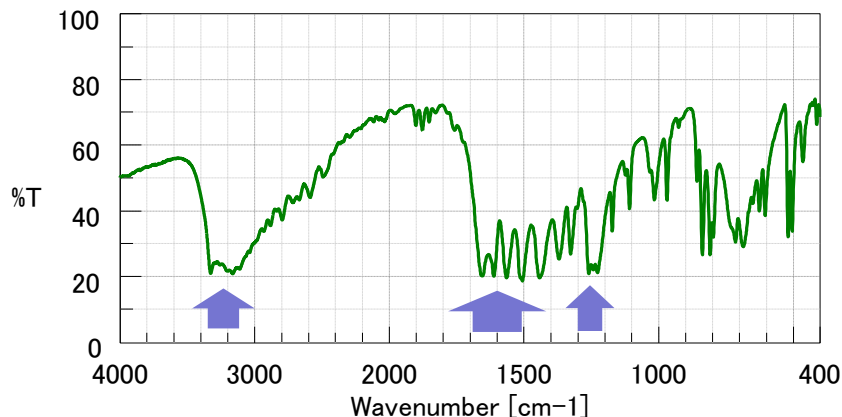
高屈折率の希釈剤であるヨウ化セシウム
(CsI：屈折率約1.7) を使用する

注意

CsIは吸湿の影響をKBrよりも受けやすい

ワンランク上の事例 ④ピーク強度が鈍い (KBrプレート法)

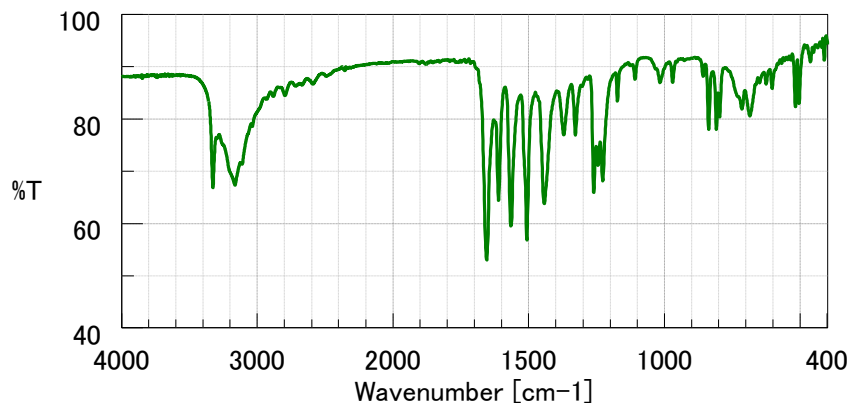
④-1ピークの伸びが鈍い例(ピークの鈍化)：アセトアミノフェン



原因

試料が均一に分散されていない場合

④-2良好なスペクトルが検出された場合



対処①：試料をよくすり潰しましょう

対処②：光路全面を覆うようにKBr窓板に
広く試料を塗布しましょう

Support tools for your analysis

