

【赤外分光法アンコールセミナー】

もう一度学びたい
KBr錠剤法・プレート法のコツ
吸湿の影響とハロゲン交換について

日本分光

はじめに

以前のJASISにてご好評いただいた

「今こそ聞きたい！KBr錠剤法・プレート法のコツ」

その中から本日は、

KBr錠剤法の注意点

「KBrの吸湿の影響とハロゲン交換」

についてご紹介します。

FTIRにおける固体（粉体）試料の測定手法

• KBr錠剤法

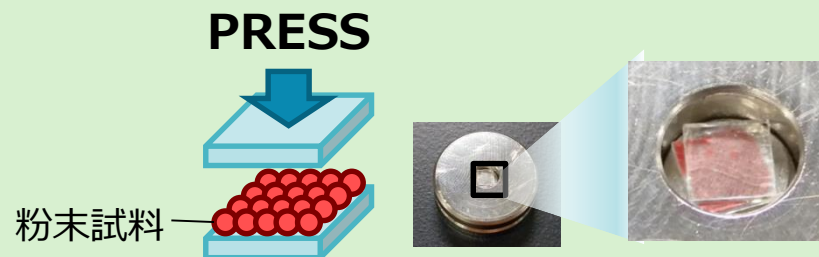
試料とKBrを粉碎、希釈混合し、加圧成形する手法



標準かつメジャーな測定法

• KBrプレート法

試料をKBr板に挟み加圧成形する手法

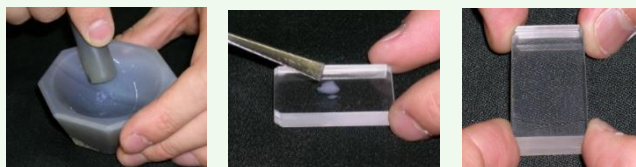


吸湿の影響が少ない、顕微にも利用可

※臭化カリウム (KBr)：一般的な赤外透過材。吸湿性が高い

• ヌジオール法

試料を粉碎、ヌジオールと混合し、KBr窓板で挟んで測定する手法



※ヌジオール＝流動パラフィン

• ATR法

試料をプリズムに押し付けて測定する手法



ATR測定用ユニット

各測定手法の特徴

	スペクトルの精度	日本薬局方	前処理	吸湿の影響
KBr錠剤法	良好 解析しやすい	準拠	試料の粉碎と KBrとの混合希釈	あり
KBr プレート法	散乱の影響を 受けやすい	非準拠	試料の粉碎	少ない
ヌジヨール法	ヌジヨールの吸収により 評価不可の領域あり	準拠	試料の粉碎と KBrとの混合希釈	なし
ATR法	透過法と比べるには データ処理が必要 (ATR補正)	準拠	ほぼなし	なし

KBr錠剤法で気を付けること

- ✓ 吸湿による影響
- ✓ ハロゲン交換

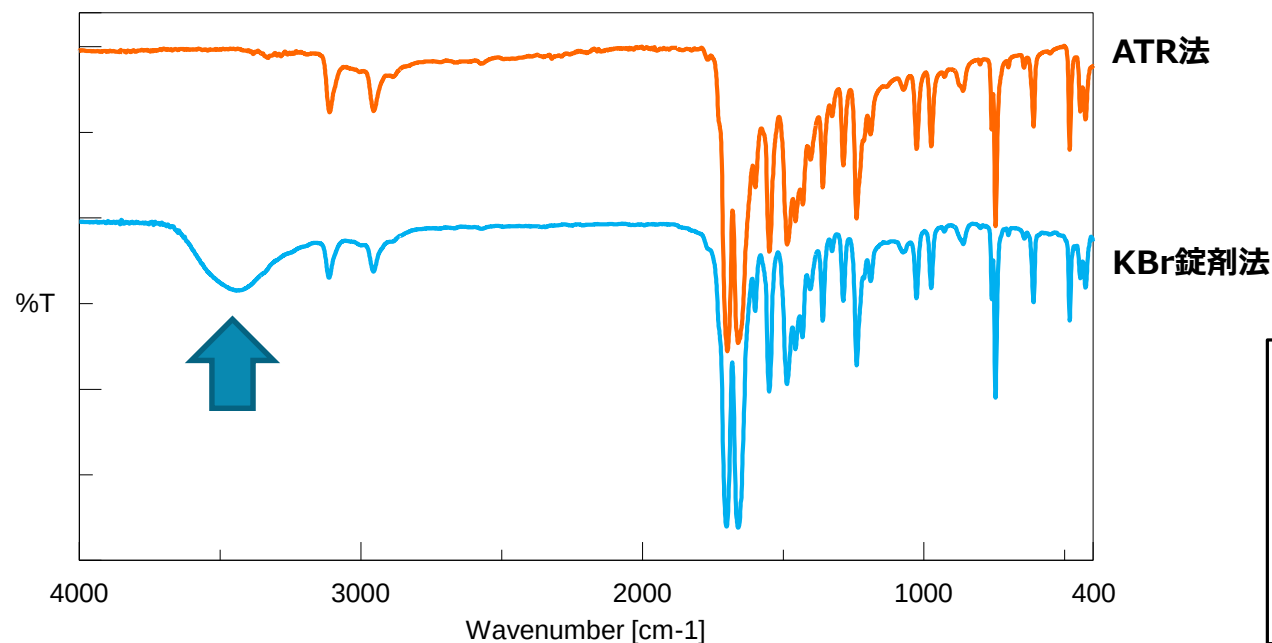
今回はこの2点について
各測定手法による結果の
違いを紹介

吸湿したKBrによる影響

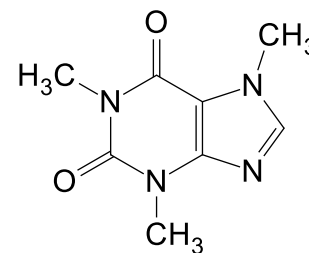
- KBrは非常に吸湿のしやすい物質

⇒ KBrの吸湿による水の吸収が現れることがある

<カフェインの測定例>



カフェインの構造式

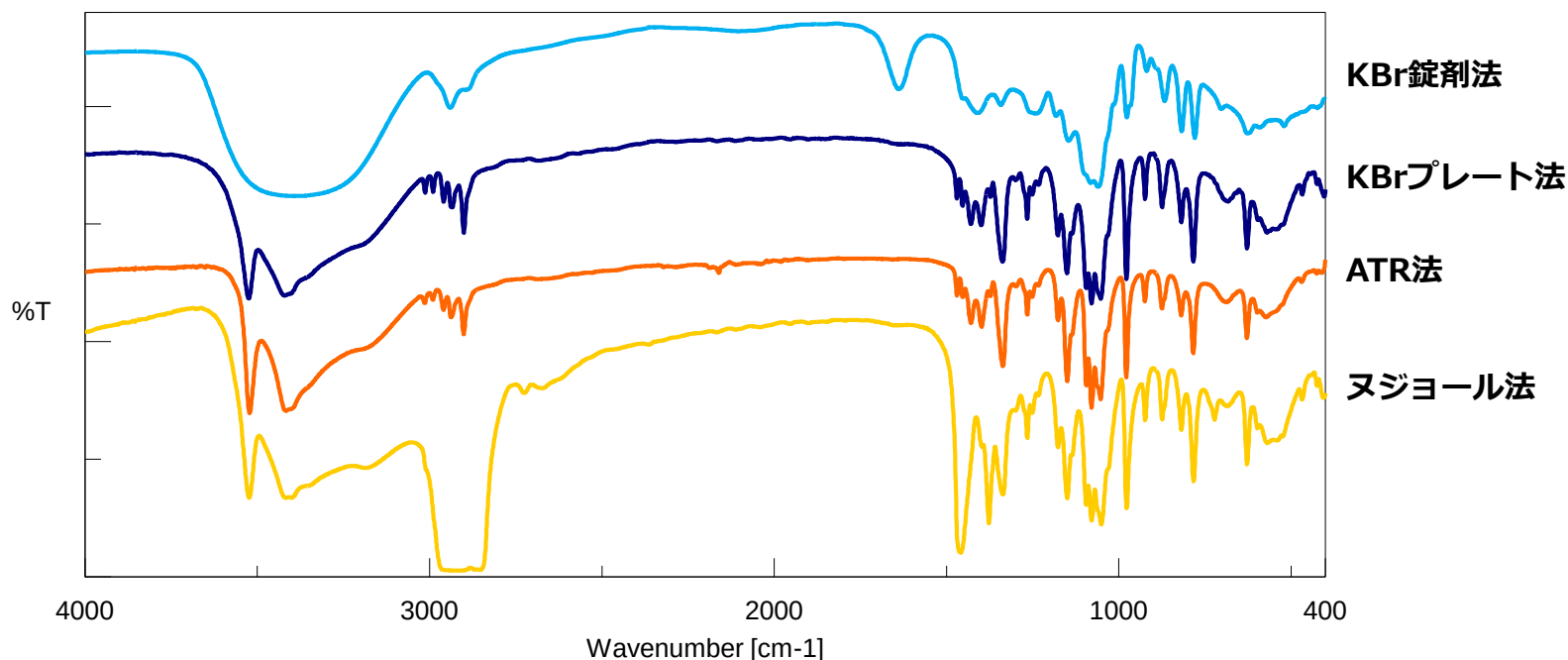


KBr中の水分によるスペクトルの変化

- 水のピークだけじゃない吸湿の問題点

⇒ KBr中の水分によってスペクトル形状が変化することも

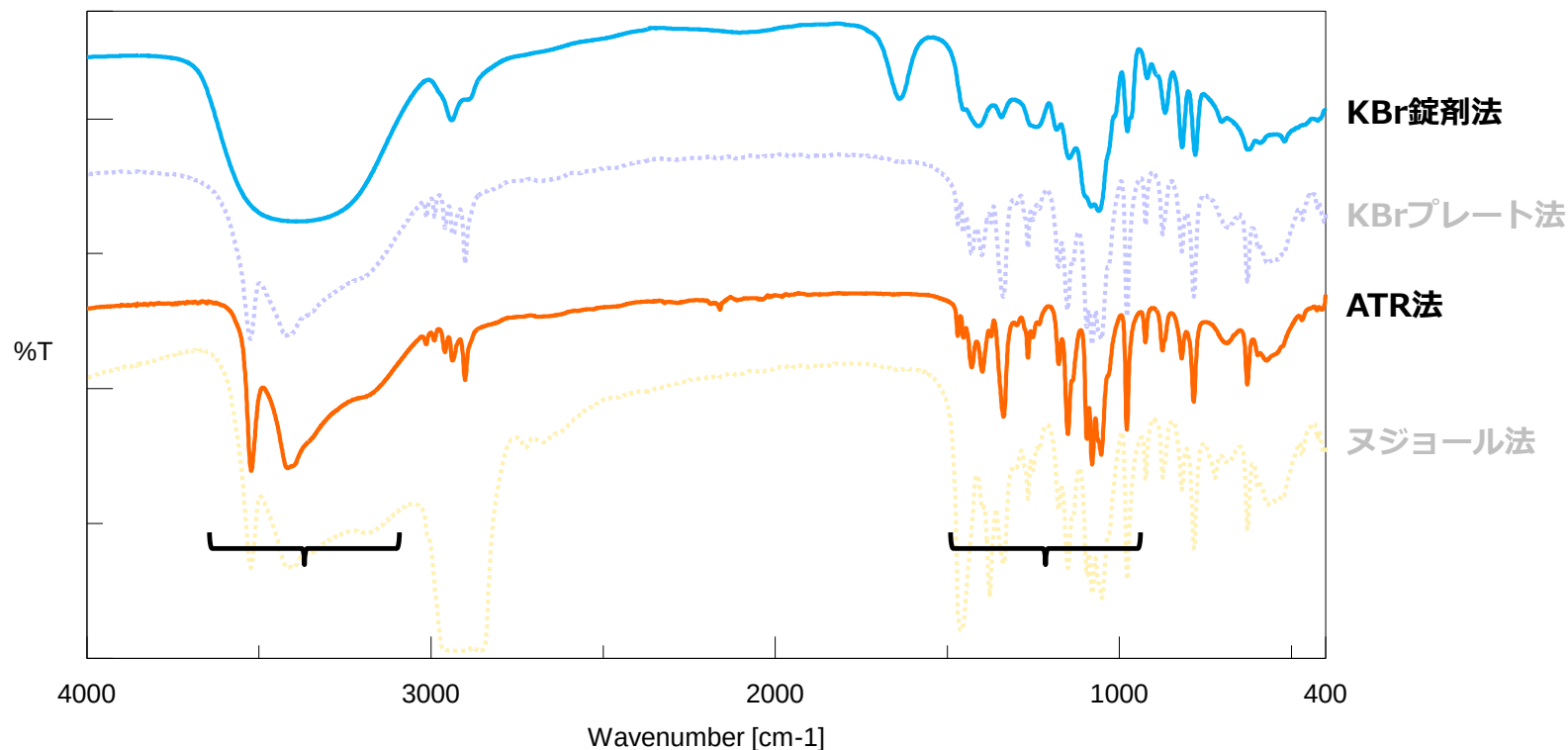
<フルクトース（果糖）の測定例>



※ATR法による測定データはすべてATR補正済み

KBr中の水分によるスペクトルの変化

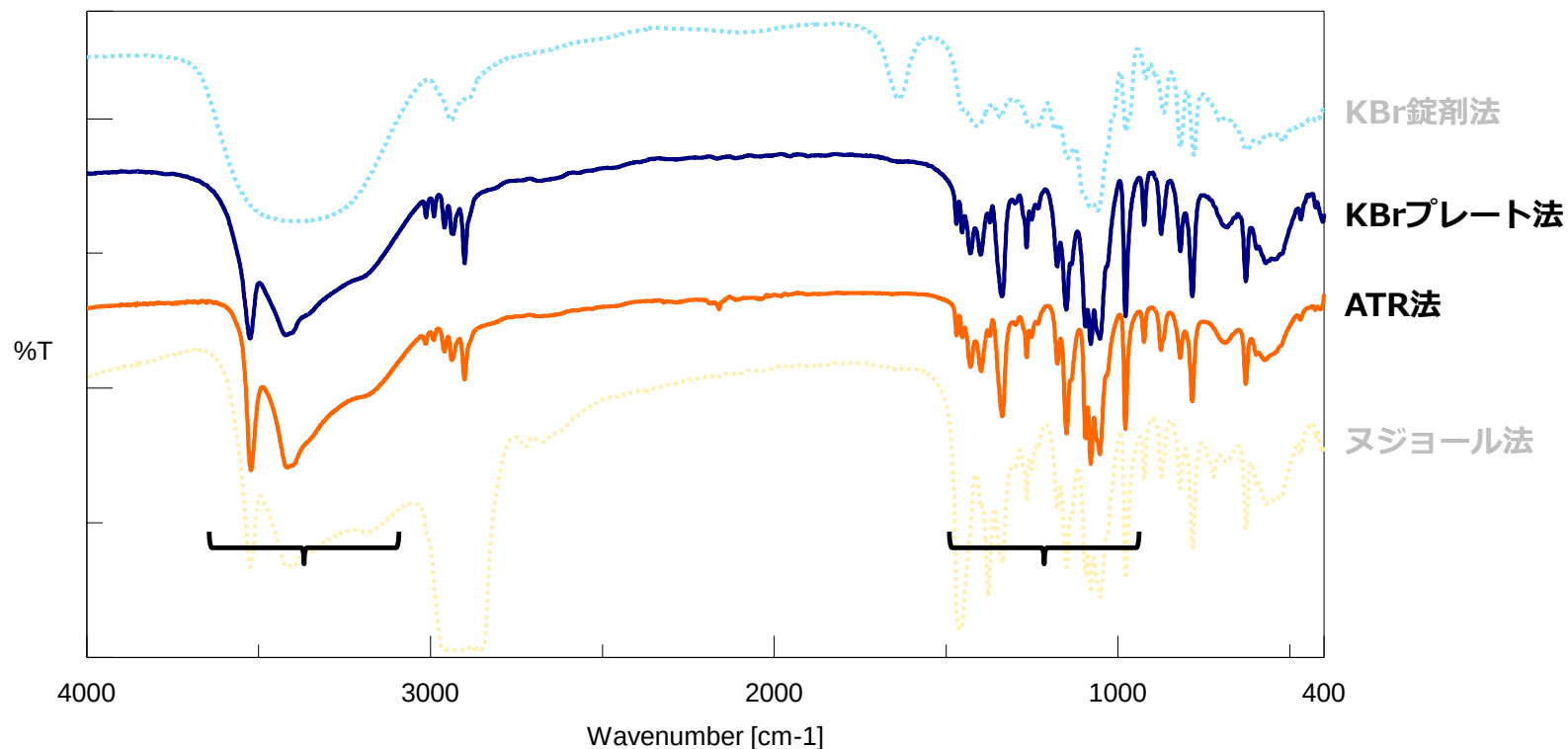
<フルクトースの測定例>



KBr錠剤法とATR法では明らかにピーク形状が変化している
KBr錠剤法ではKBr中の水分の影響を受けている

KBr中の水分によるスペクトルの変化

<フルクトースの測定例>

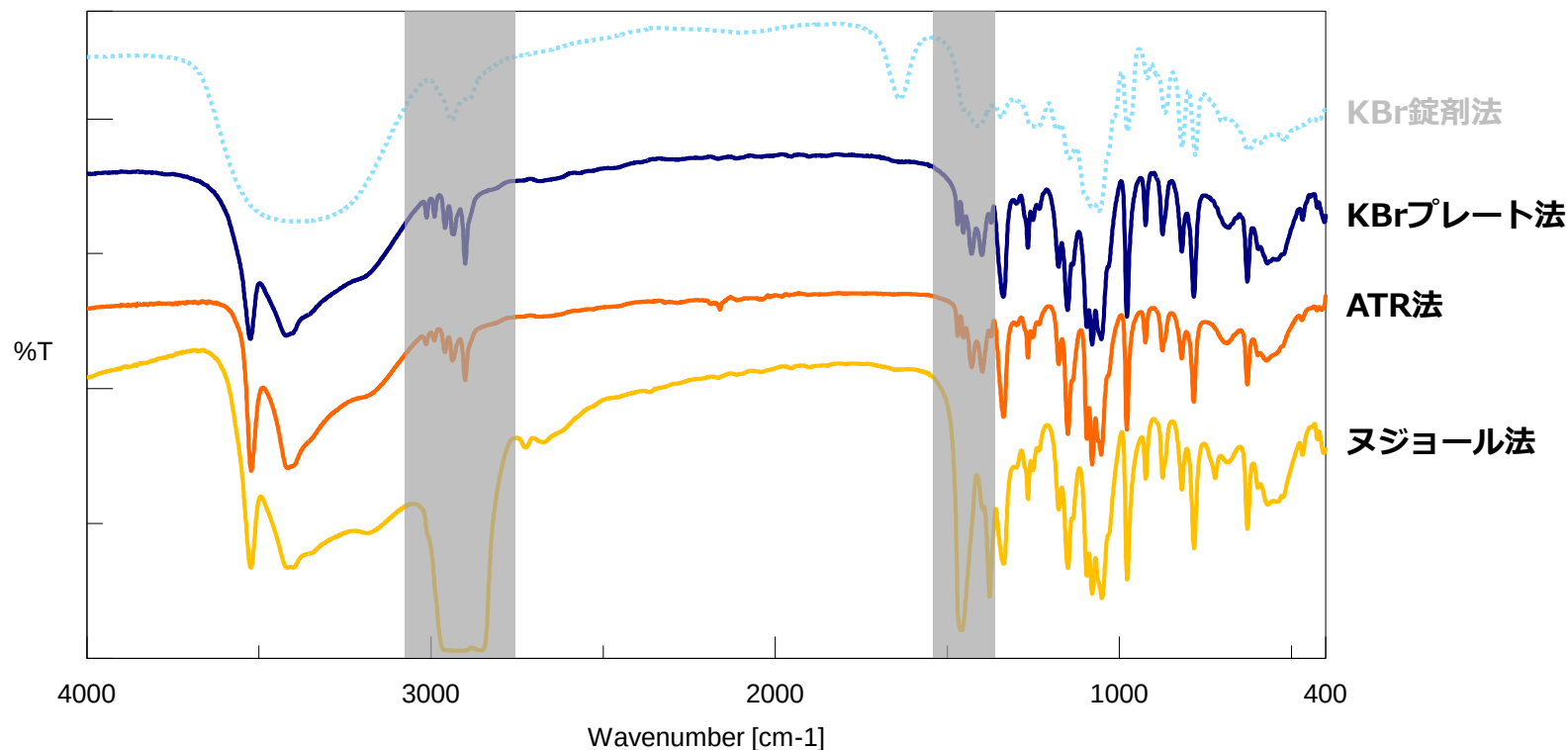


KBrプレート法とATR法ではほとんど差がない

KBr中の水分によるスペクトルの変化

<フルクトースの測定例>

※  : ヌジオールによる吸収の為、評価できない領域。



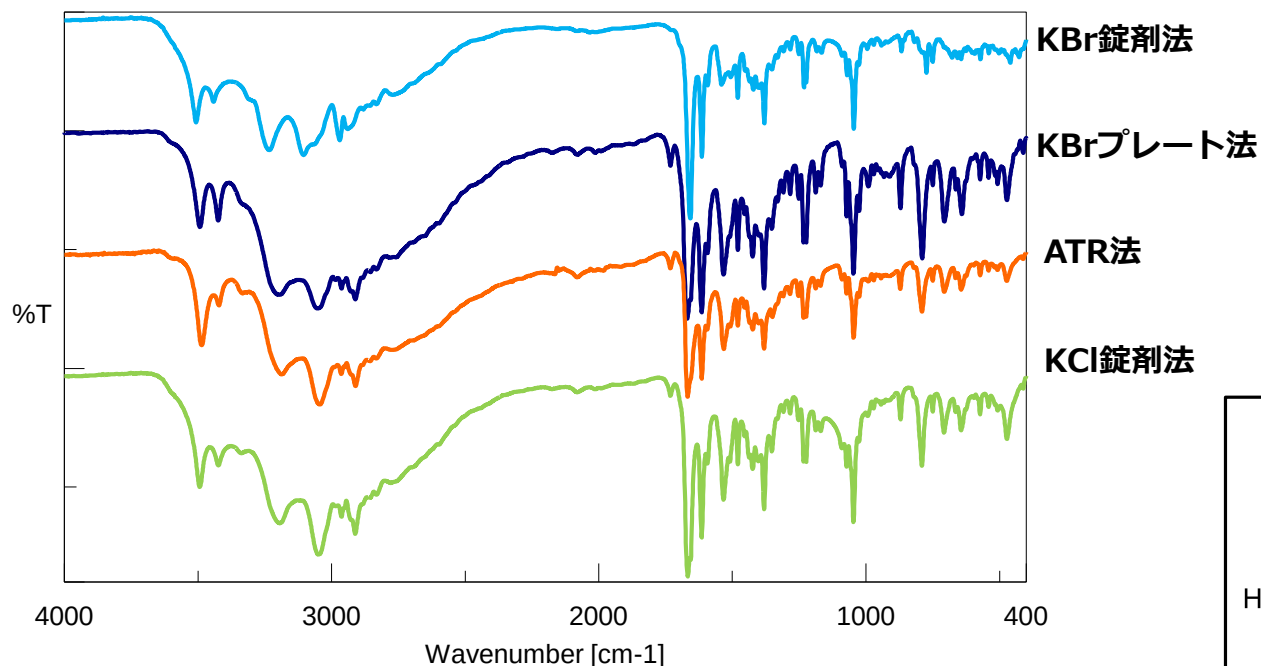
ヌジオール法と比べても差がないことから吸湿の影響を受けていないことがわかる

ハロゲン交換

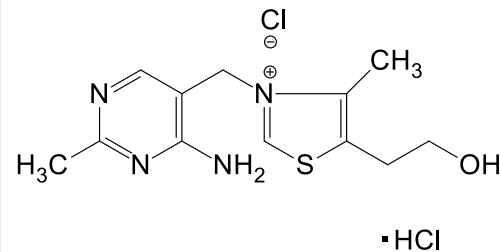
- サンプルがハロゲンを含んでいる場合、KBrの臭素と交換反応を起こし、スペクトル形状が変化する

一般的な対策：塩化物などはKBrの代わりにKClを用いる

<塩酸チアミンの測定例>

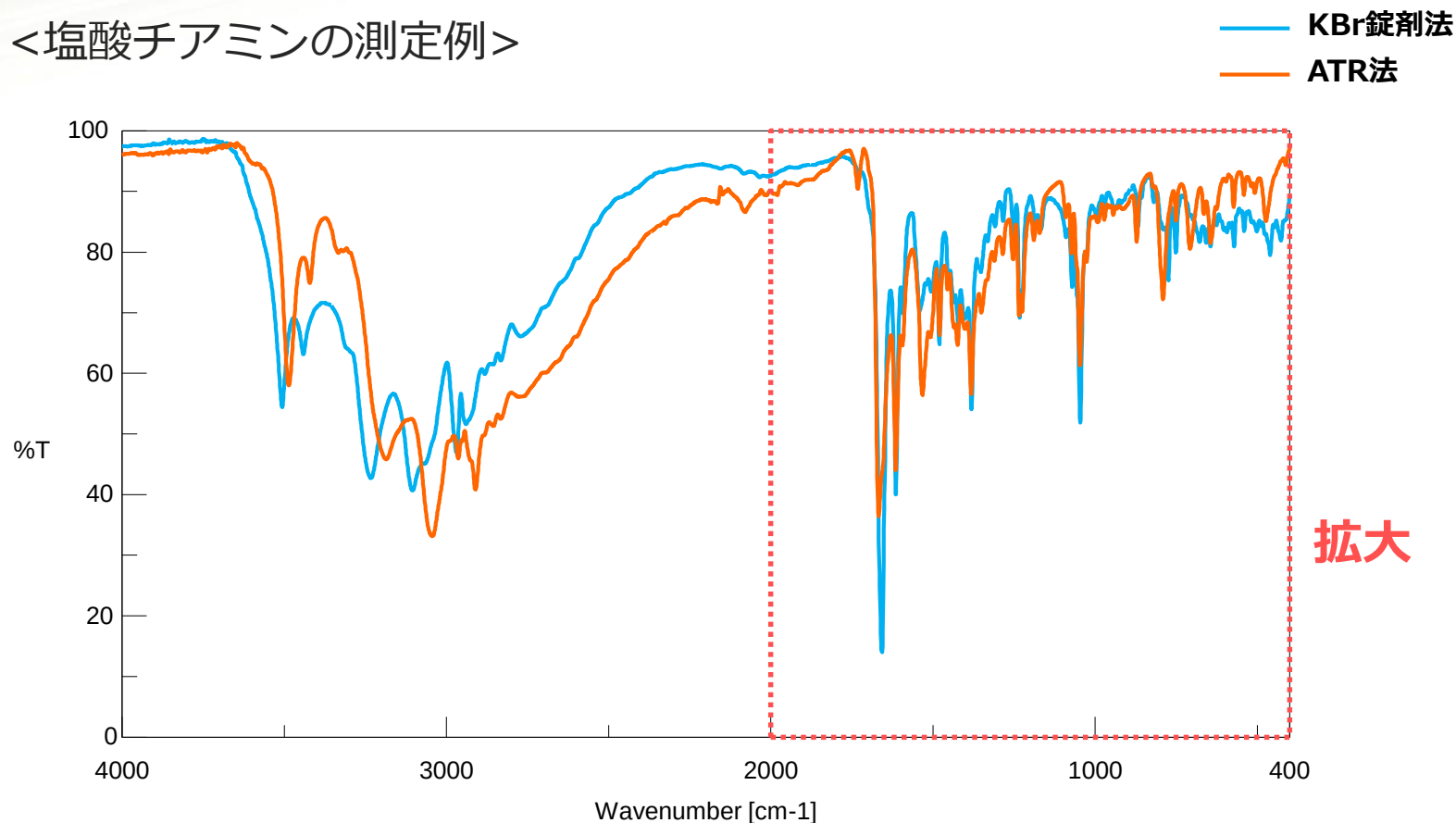


塩酸チアミンの構造式



ハロゲン交換

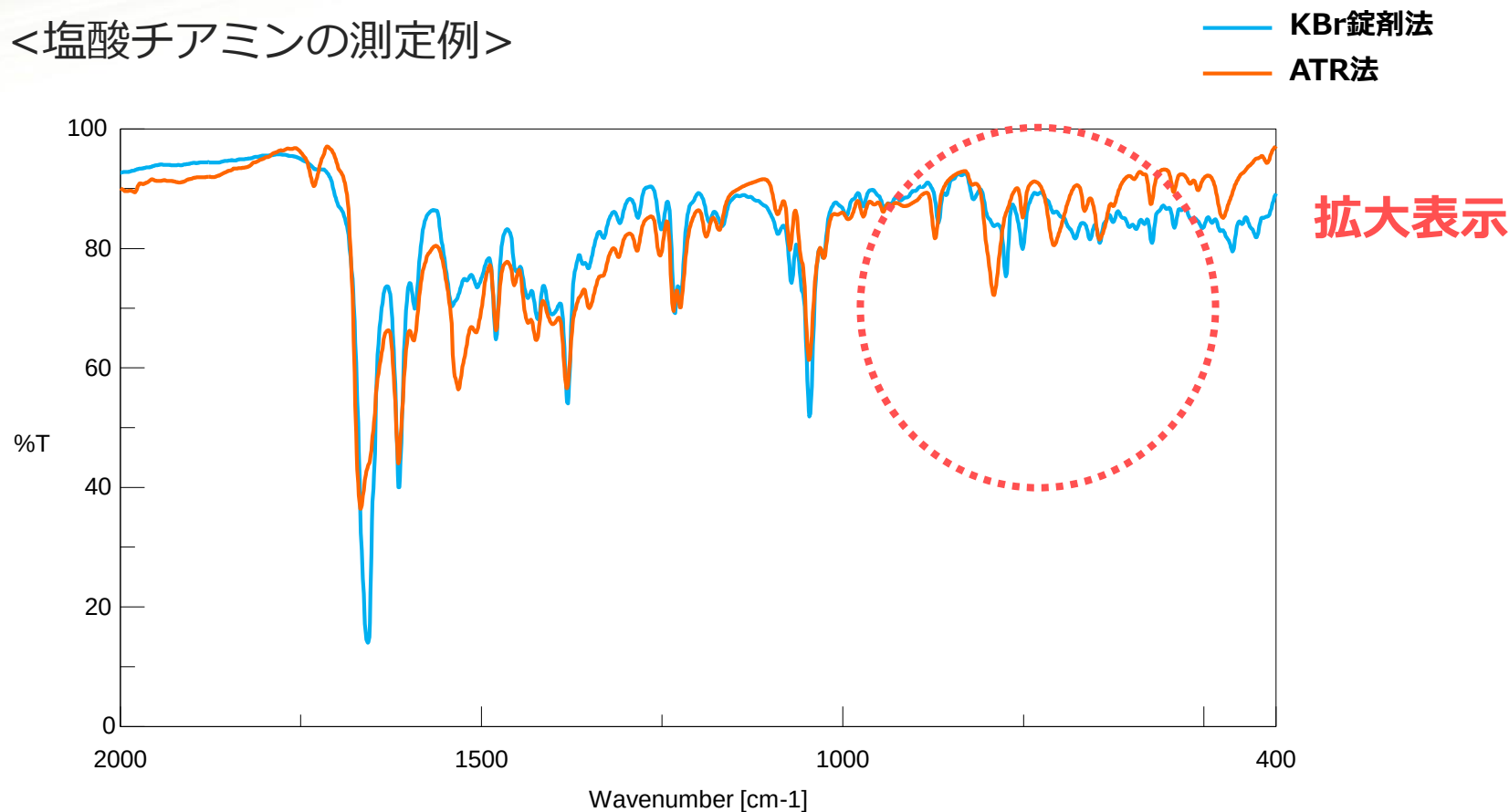
<塩酸チアミンの測定例>



KBr錠剤法とATR法では明らかにピーク形状が変化している

ハロゲン交換

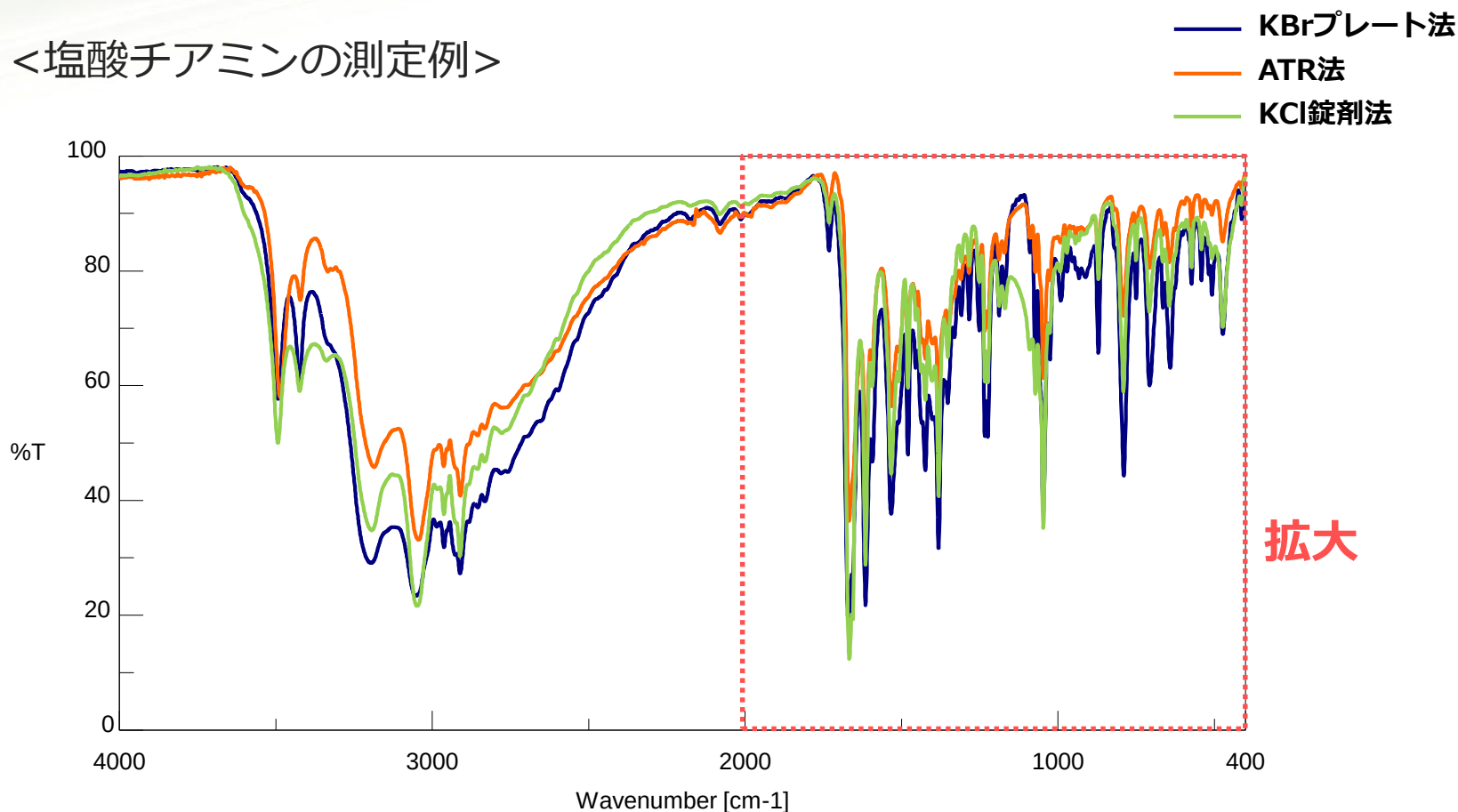
<塩酸チアミンの測定例>



KBr錠剤法とATR法では明らかにピーク形状が変化している

ハロゲン交換

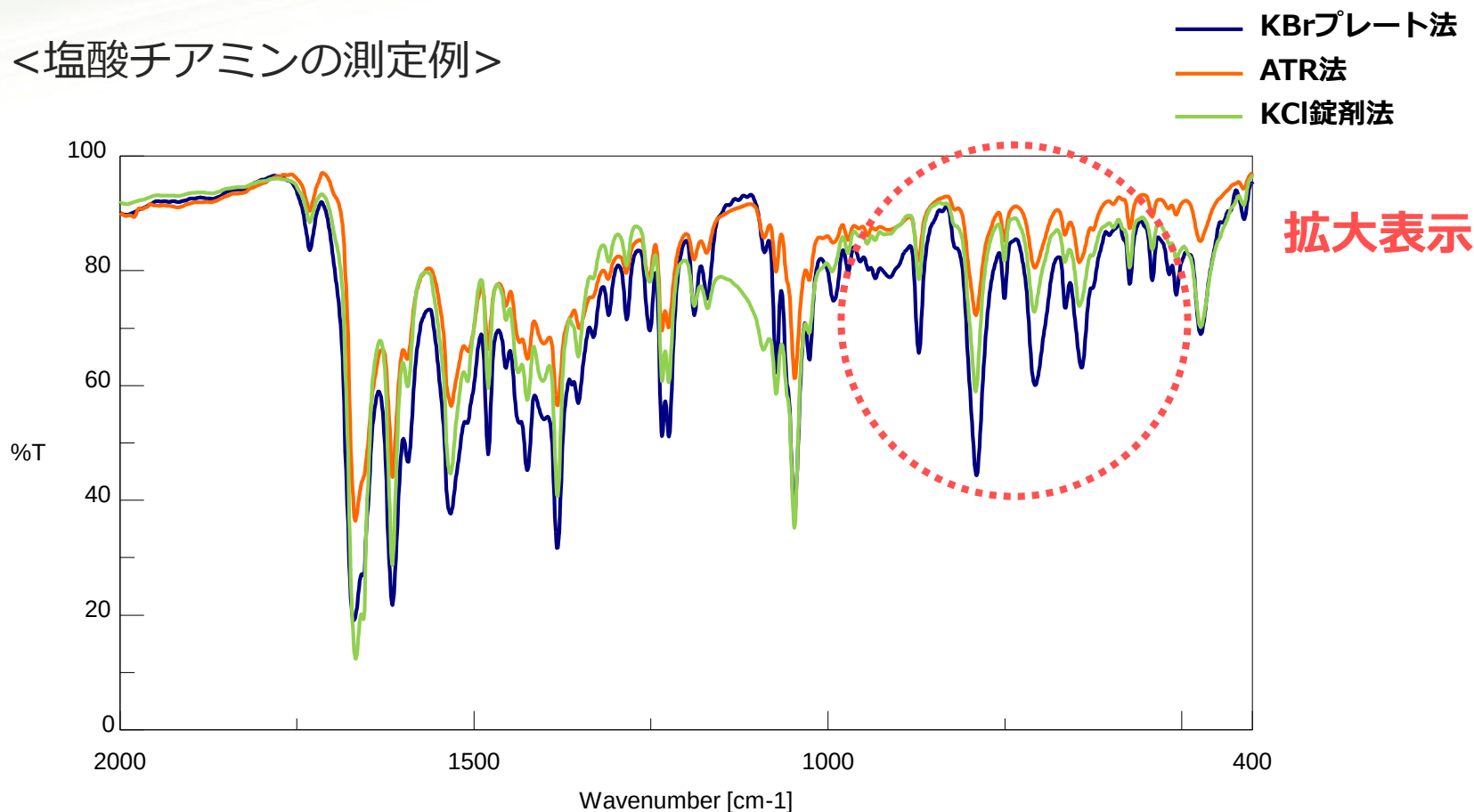
<塩酸チアミンの測定例>



KBrプレート法、ATR法、KCl錠剤法ではピーク形状が同等

ハロゲン交換

<塩酸チアミンの測定例>



KBrプレート法、ATR法、KCl錠剤法ではピーク形状が同等

まとめ

- KBr錠剤法・・・粉体試料の最もベーシックな測定手法

⇒ただし、KBrの吸湿による影響・ハロゲン交換などには注意が必要



測定手法の使い分けによって影響は回避できる

サンプルに合わせて適切な測定手法を用いることが重要

「PHARM TECH JAPAN Vol.33 No.1 (2017)」にて

「KBr・KClプレート法」について掲載

各成形器のご紹介

- ・ ミクロ錠剤成形器



ミニハンドプレスMP-1

- ✓ **Φ3mm で錠剤法、Φ5mmでKBrプレート法に対応**
- ✓ ミニハンドプレスで簡単に成形可能

各成形器のご紹介

- TabletMasterシリーズ

成形器（防錆コート済み品）



特殊硬質繊維製円板

「ClearDisk」で錠剤を成形

- ✓ 同じ成形器でプレート法、錠剤法の両方に対応
- ✓ 多検体をまとめてサンプリング
- ✓ 測定後の試料を保存
- ✓ ClearDisk はディスプレイザブル

- iTP-8 (intelligence Tablet Press)



光って成形終了を
知らせる機能付き

是非ブースへお立ち寄りください



その他の前処理ツールについてもブース内でご紹介しております。
ジャスコエンジニアリングブースへ是非お越しください。