

Пример стандартного анализа аспирина на новейшем ИК-Фурье спектрометре **IRSpirit** с помощью программного обеспечения **LabSolutions IR** и **IR Pilot**

ЭЛ **Элемент**

генеральный дистрибьютор

SHIMADZU

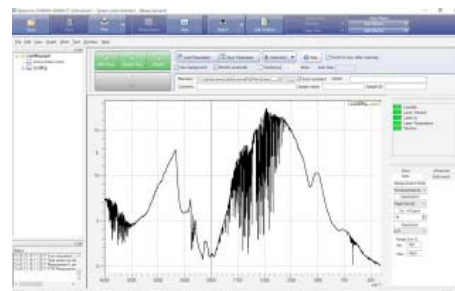
IRSpirit, будучи недорогим, небольшим и лёгким в эксплуатации ИК-Фурье спектрометром, является идеальным прибором для экспресс-контроля продукции. Несмотря на небольшие габариты прибора, всего 8,5 кг, кюветное отделение совместимо с большинством аксессуаров, применяемых в методе ИК-Фурье спектроскопии. Измерения ATR (нарушенного полного внутреннего отражения, далее НПВО) применяются для изучения образцов без их разрушения, что является невозможным при использовании классического анализа на пропускание. Одним из примеров применения приставки НПВО в фармацевтической области является исследование лекарств и смесей в порошковой форме. В данном примере анализа IRSpirit в комплекте с приставкой Quest используется для исследования порошкового аспирина (кристаллы основного вещества), смешанного с салициловой кислотой. Впоследствии, может быть произведен количественный анализ с помощью макроса IR Pilot, поставляемого с прибором. Данный пример анализа осуществлен в лаборатории Shimadzu Europa GmbH.

Аспирин (в форме кристаллов) был растерт в мелкодисперсный порошок и смешан с салициловой кислотой. Было приготовлено 6 смесей с процентным соотношением 7.2, 9.46, 13.44, 27.21, 79.56, и 89.9 весовых % аспирина.

Количественный анализ LabSolutions IR

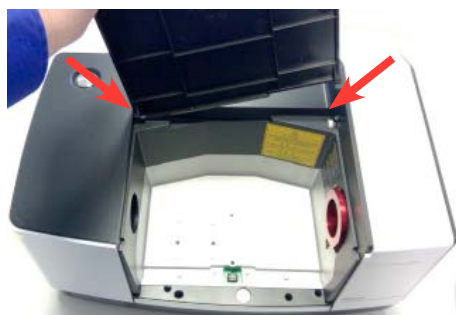
Включите IRSpirit, запустите приложение "Spectrum" из "LabSolutions IR" и инициализируйте прибор (кликните на кнопку "instrument", а затем "initialize", если это не настроено автоматически). Игнорируйте сообщение "Power Spectrum Check is failed. Use Auto adjust (fine)". Нажмите "ok".

Вначале измерьте фон без образца. Используйте следующие параметры: Apodization: SqrTriangle, no. of scans: 45, resolution: 4 cm^{-1}



ПРИМЕР ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТИ АНАЛИЗА

Установка



Снимите держатель образца и переднюю крышку IRSpirit. Необходимо поднять крышку в вертикальное положение, а затем вытащить ее из фиксирующих креплений, как показано на рисунке.

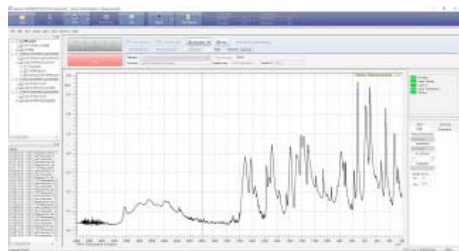


Для установки Quest, необходимо совместить крепежные элементы в нижней части приставки с отверстиями в кюветном отделении.

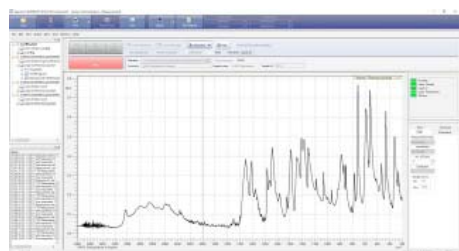
Подготовка образцов



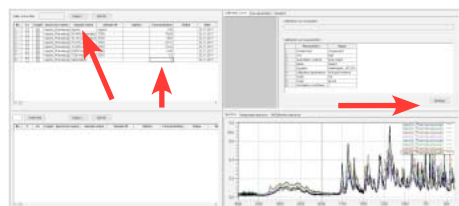
После этого чистый салициловый порошок, чистый аспирин и смеси измеряются для построения калибровочной кривой. Поместите небольшую порцию образца на окно приставки и придавите его, поворачивая рукоятку до характерного щелчка. Аккуратно очищайте окно приставки мягкой тканью с изопропиловым спиртом после каждого измерения.



В окне “view” вы можете либо использовать курсор (“Graph”>“Cursor”>“Surf”), либо функцию “Search” для поиска позиции пика. Вы также можете проводить поиск спектра в окне “search” для подтверждения того, что салициловая кислота находится в образце.

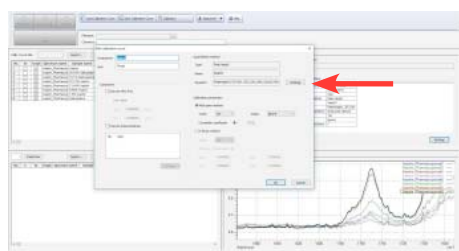


Теперь запустите программу “quantitation” из программы запуска LabSolution IR и импортируйте спектр ваших стандартов кнопкой “import”, отмеченной на скриншоте.

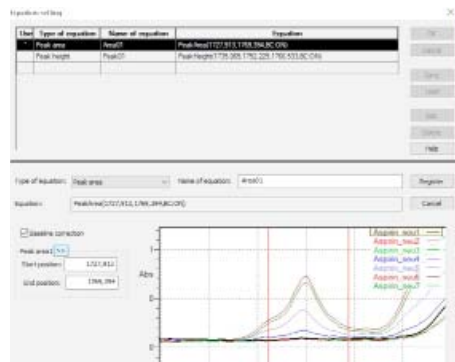


Вы увидите наложение четырёх спектров в нижнем правом окне. На этом изображении чётко видно, что полоса ацетилсалициловой кислоты при примерно 1750 см^{-1} показывает наибольшую разницу между спектрами и является важнейшей полосой в калибровочной кривой.

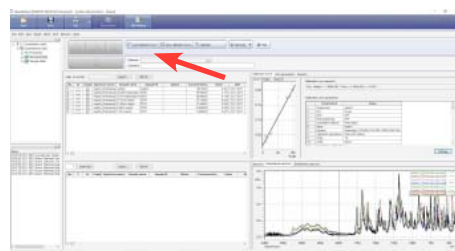
Введите концентрацию салициловой кислоты в таблицу и откройте настройки для калибровочной кривой. Введите имя образца и единицы измерения (аспирин и $\text{wt}\%$ – весовые %).



Для алгоритма калибровки, вы также должны предоставить пик, который используется в количественном анализе. Это можно сделать в окне “equation setting”.



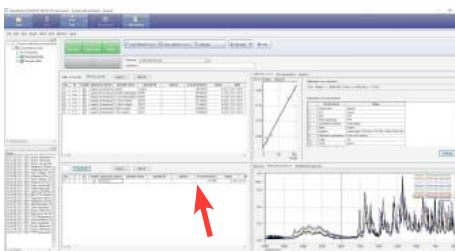
Выберите “Peak area”, отметьте пик, нажав на него, или введя волновое число, а затем подтвердите все настройки. Вы также можете добавить другие пики или “Peak height”. Калибровочная кривая будет рассчитана автоматически.



Проводите тест эффекта изменения настроек выравнивания до тех пор, пока вы не будете довольны поправочным коэффициентом.

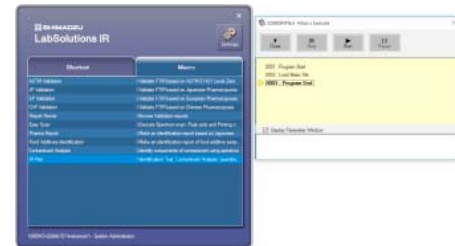
Если одна точка сильно отклоняется от калибровочной кривой, вы можете удалить линию, отвечающую этому измерению. Если вас устраивает ваша калибровочная кривая, сохраните её. Вы будете использовать её для количественного анализа в IR Pilot далее.

Инициализируйте IR Spirit и выполните измерение фона. Теперь вы можете измерять любой образец из смесей, и концентрация будет рассчитываться автоматически.

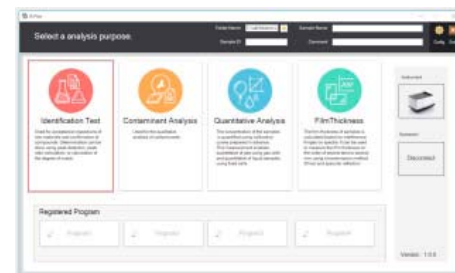


Количественный анализ с IR Pilot

IR Pilot является макросом для упрощённого измерения вместе с IR Spirit.



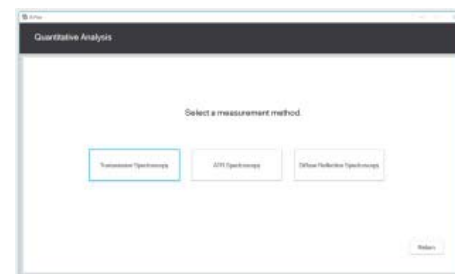
Запустите IR Pilot из пускового окна LabSolutions IR и выберите программу для количественного анализа.



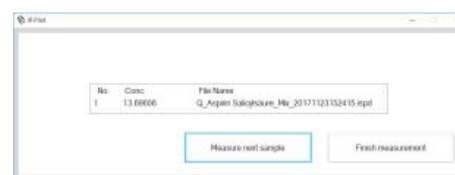
Вначале вам необходимо указать число образцов и загрузить файл калибровочной кривой.



Следующий шаг заключается в выборе метода измерения. В данном случае выберете “ATR” и “diamond prism”.



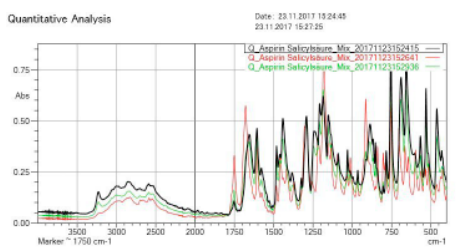
IR Pilot будет автоматически загружать правильные параметры, начнёт сканирование фона и попросит вас установить образец.



Если вы подтвердите измерение, количество салициловой кислоты в вашем образце автоматически определится без необходимости в ручном обозначении пиков и т.д.

No.	Conc.	File Name
1	13.88836	Q:\Aspirin Salicylsäure_Mix_20171123152415.ipd
2	86.84481	Q:\Aspirin Salicylsäure_Mix_20171123152415.ipd
3	34.80816	Q:\Aspirin Salicylsäure_Mix_20171123152415.ipd

Затем вы сможете распечатать отчёт или сохранить ваш метод (число образцов, калибровочная кривая и аксессуары) как предварительную установку для будущих измерений.



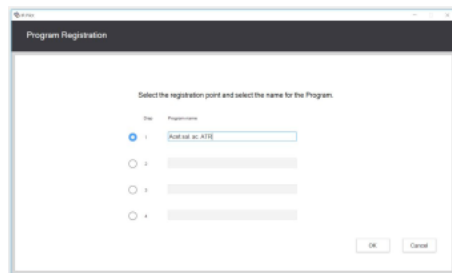
Item	Value
1	Marker - 1750 cm-1
2	Sample name Aspirin Salicylsäure
3	Sample ID Mix
4	LookUpTable Sp7Triangle
5	Min 400
6	Max 4000
7	No. of Scans 45
8	Resolution 4 cm-1
9	IRSPIRIT DESKTOP-SECUCSS-Instanzent1

The file name of Calibration Curve: C:\Users\meh\Documents\Stuhmann\IRSPIRIT\SCPB5-Aspirin\Pharma_cat.ipd

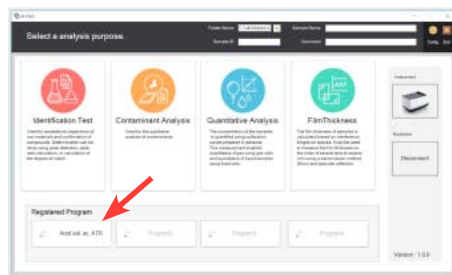
Table of unknown samples

No.	Conc.	File Name
1	13.88836	C:\Users\meh\Documents\Stuhmann\IRSPIRIT\SCPB5-Aspirin\Pharma_cat.ipd
2	86.84481	C:\Users\meh\Documents\Stuhmann\IRSPIRIT\SCPB5-Aspirin\Pharma_cat.ipd
3	34.80816	C:\Users\meh\Documents\Stuhmann\IRSPIRIT\SCPB5-Aspirin\Pharma_cat.ipd

Ваш отчёт включает все наложенные спектры, измеренные с помощью IRPilot, таблицу с параметрами измерения и рассчитанные концентрации. Пожалуйста, обратите внимание на то, что если вы вручную ввели значение пика или другую калибровочную информацию в качестве комментария в главное окно IR Pilot, ничего из этого не будет распечатано автоматически.



Сохранение методов в IR Pilot это очень удобная функция, которая позволяет неопытным сотрудникам производить экспресс измерения. Вы также можете защитить метод с помощью пароля.



Процедура очистки

После каждого измерения, удалите все остатки порошка с окна приставки при помощи салфетки. Постарайтесь удалить как можно больше порошка.

Для удаления последних оставшихся частиц порошка используйте салфетку со 2-пропанолом.

Для того чтобы удостовериться в чистоте окна приставки, есть возможность установить режим поглощения или пропускания для функции постоянного мониторинга. С этой функцией в реальном времени можно увидеть, насколько эффективна была проведена очистка. Если очистка была выполнена правильно, вы увидите одиночную базовую линию. В таком случае вы можете продолжить измерения.



генеральный дистрибьютор



Приглашаем Вас посетить наш стенд 335 павильон 4 на выставке «Аналитика ЭКСПО-2018», Москва, КВЦ «Сokolьники», 24 – 26 апреля

117105, Москва,
Варшавское ш., 1, стр. 6,
БЦ "W Plaza 2", оф. 110
тел/факс: (495) 514-00-48
e-mail: msc@element-msc.ru

620075, Екатеринбург,
ул. Бажова, 68, пом. 14
тел/факс: (343) 278-34-64
(-65, -66, -67, -68, -69)
e-mail: ekb@element-msc.ru

630007, Новосибирск,
ул. Октябрьская, 42, оф. 308
тел/факс: (383) 20-20-726
e-mail: nsk@element-msc.ru

Ознакомьтесь с другими примерами анализа на IRSpirit на русском языке
Вы можете на сайте www.element-msc.ru