SHIMADZU

Excellence in Science

Аналитическое оборудование

- УФ-ВИД спектрофотометры
- ИК-Фурье спектрометры
- спектрофлуориметры
- атомно-абсорбционные спектрометры
- атомно-эмиссионные спектрометры с искровым возбуждением
- атомно-эмиссионные спектрометры с индуктивно-связанной плазмой
- масс-спектрометры с индуктивно-связанной плазмой
- газовые хроматографы
- газовые хромато-масс-спектрометры, в том числе тандемные (3Q)
- жидкостные (включая ионные) хроматографы
- жидкостные хромато-масс-спектрометры, в том числе тандемные (3Q, Q-TOF, IT-TOF)
- времяпролетные масс-спектрометры с блоками MALDI
- атомно-силовые микроскопы
- системы аналитического электрофореза
- анализаторы общего углерода и азота
- рентгеновские дифрактометры
- энергодисперсионные рентгеновские флуоресцентные спектрометры
- волнодисперсионные рентгеновские флуоресцентные спектрометры
- дифференциальные сканирующие калориметры и DTG-анализаторы
- гранулометрические анализаторы
- аналитические и платформенные весы, гравиметрические влагомеры
- твердомеры и оборудование для механических испытаний материалов

Генеральный дистрибьютор аналитического оборудования SHIMADZU в Украине и Республике Молдова:

ООО «ШимЮкрейн»

г. Киев, 01042, ул.Чигорина 18,
офис 428/429
Телефоны/факсы:
(044) 284–54–97;
(044) 284–24–85;
(044) 390–00–23.
E-mail: shimukraine@gmail.com
Website: www.shimadzu.com.ua

«Фармацевтическая отрасль», февраль № 1 (78) 2020

Аналитическое оборудование SHIMADZU для фармацевтической отрасли. Обзор

Часть 2. Молекулярные спектрометры ИК диапазона

25 лет SHIMADZU в Украине

Сухомлинов А.Б, *директор компании «ШимЮкрейн»*

Аналитическое оборудование производства японской приборостроительной корпорации SHIMADZU хорошо известно фармацевтическим предприятиям Украины. Большое количество уже установленных там приборов (более 330 комплектов) и постоянные запросы нового оборудования производства SHIMADZU иллюстрируют растущий интерес к нему у специалистов отрасли.

В целях предоставления информации о возможностях оборудования, а также по случаю отмеченного в 2019 г. 25-летия прямых поставок в Украину принято решение опубликовать обзор аналитического оборудования SHIMADZU, применяемого в фармацевтической отрасли. Первая часть обзора была опубликована в № 6 за 2019 г. В данном выпуске журнала публикуется вторая часть этого обзора.

Спектрометры ИК-диапазона составляют важную часть парка аналитических приборов в лаборатории фармацевтического производства, поскольку с их помощью специалисты решают задачи по идентификации проб. При этом процесс идентификации всех типов проб – порошкообразных, твердых и жидких – происходит очень быстро (в течение не более 1 мин). Пробоподготовка в большинстве случаев не требуется, а количество пробы, необходимое для измерений, минимально. Кроме того, несмотря на низкий уровень энергии сигналов в ИК-области, современные спектрометры, использующие вместо диспергирующих устройств преобразование Фурье, позволяют проводить количественное определение компонентов пробы.

Корпорация SHIMADZU в настоящее время выпускает для фармацевтической отрасли три модели лабораторных ИК-спектрометров с преобразованием Фурье. Наиболее распространенной является модель IRAffinity-1S (фото № 1). Основной блок прибора – интерферометр Майкельсона стабилизирован за счет системы динамической цифровой юстировки, что позволяет выполнять измерения в устойчивом режиме при небольшом времени прогрева. В приборе использован высокочувствительный термостабилизированный детектор DLATGS, обеспечивающий высокое соотношение сигнал / шум (30 000 : 1). Измерения проводятся в диапазоне 7800 – 350 $см^{-1}$ при значениях спектрального разрешения 0,5; 1; 2; 4; 8 и 16 $см^{-1}$. Особенностью прибора IRAffinity-1S является встроенный автоматический осушитель, который удаляет влагу из герметизированного отсека интерферометра с помощью мембраны, изготовленного из твердого полимерного электролита, что обеспечивает долговременную и стабильную работу прибора.

Другая модель ИК-спектрометра аналогичного класса – IRSpirit (фото № 2), выполненная в компактном варианте (ширина 39 см, глубина 25 см, высота 21 см, масса 8,5 кг), несмотря на малые размеры, имеет большое кюветное отделение (ширина 20 см, глубина 14 см и высота 10 см), что не ограничивает пользователя в выборе типа устройства для размещения проб. ИК-спектрометр IRSpirit работает в диапазоне 7800 – 350 $см^{-1}$ при значениях спектрального разрешения 0,9; 2; 4; 8 и 16 $см^{-1}$. Отношение сигнал / шум составляет 30 000 : 1.

Фото № 1. ИК-спектрометр модели IRAffinity-1S

Фото № 2. ИК-спектрометр модели IRSpirit

В случае необходимости провести измерения в ближнем или дальнем ИК-диапазоне либо для достижения еще более высокой чувствительности, чем при использовании предыдущих двух моделей, используется третья модель ИК-спектрометра – IRTracer-100 (фото № 3). Высокая чувствительность этого прибора (отношение сигнал / шум – 60 000 : 1) позволяет выполнять измерения следовых количеств примесей в пробах, несмотря на небольшую интенсивность соответствующих полос в спектре.

Повышенное значение спектрального разрешения (0,25 $см^{-1}$) обеспечивает высокую точность идентификации полос в спектре, что особенно важно при работе с газообразными соединениями. Прибор IRTracer-100 характеризуется высокой скоростью сканирования, что обеспечивает регистрацию до 20 спектров с 1 с. Это особенно важно при исследовании кинетики быстрых реакций.

Важнейшей особенностью прибора IRTracer-100 является возможность расширения спектрального диапазона как в сторону коротких длин волн вплоть до видимой области спектра (по шкале волновых чисел до 12 500 $см^{-1}$), так и в сторону длинных волн (до 240 $см^{-1}$) при использовании в качестве стандартного спектрального диапазона от 7800 до 350 $см^{-1}$. Для технического обеспечения измерений в ближнем и дальнем ИК-диапазонах предусмотрено использование оптических элементов, специализированных для работы в этих диапазонах. При работе в ближнем ИК-диапазоне в качестве делителя луча используется пластина из кальция фторида с кремниевым покрытием, в качестве источника излучения – галогеновая лампа, а в качестве детектора –детектор InGaAs. При работе в дальнем ИК-диапазоне в качестве делителя луча используется пластина из цезия иодида с германиевым покрытием.

При работе на каждом из трех ИК-спектрометров производства SHIMADZU используют любые методические приемы анализа проб. В лабораториях предприятий фармацевтической отрасли широко применяют метод прессования пробы в смеси с калия бромидом в таблетки различных размеров. В последнее время приобрел популярность метод нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО) для анализа проб в твердом и жидком виде. Высокую эффективность при использовании указанного метода продемонстрировало устройство НПВО однократного отражения с алмазным кристаллом QATR-S. Отсутствие необходимости в прессовании пробы или какой-либо другой пробоподготовки делает анализ удобным и позволяет значительно сократить его продолжительность. Устройство QATR-S легко устанавливается в кюветный отсек любого из ИК-спектрометров SHIMADZU, даже такого малогабаритного, как IRSpirit (фото № 4).

Значительную часть аналитических измерений на ИК-спектрометрах проводят с использованием жидких или пастообразных проб, для которых методиками измере-

Фото № 3. ИК-спектрометр модели IRTracer-100

Фото № 4. Приставка НПВО модели QATR-S с ИК-спектрометром модели IRSpirit

Фото № 6. ИК-микроскоп модели AIM-9000 с ИК-спектрометром модели IRTracer-100

ния предусмотрено применение кювет различного типа с окнами из калия бромида или другого подходящего оптического материала – кювет постоянной толщины слоя или разборных кювет с переменной толщиной слоя. Для некоторых случаев применение кюветы по методу «раздавленной капли» является безальтернативным. Это относится прежде всего к анализу легколетучих проб.

Например, в лабораторной практике часто приходится контролировать состояние безводного этанола, который из-за своей неустойчивости постоянно нуждается в таком контроле. Для проверки состояния безводного этанола удобен быстрый и эффективный метод ИК-спектрометрии. Различие в спектрах обычного этанола (содержащего воду) и безводного (фото № 5) заключается в наличии полосы при 1660 $см^{-1}$ у обычного этанола (колебание H-O-H молекулы воды) и отсутствии этой полосы у безводного этанола.

Использование ИК-спектрометров в лабораториях фармацевтической отрасли связано также с необходимостью исследования инородных включений в таблетках. Это удается сделать с помощью инфракрасного микроскопа SHIMADZU модели AIM-9000 (фото № 6). С его помощью могут быть проанализированы мелкие инородные включения вплоть до размеров 40 мкм х 30 мкм.

Помимо отмеченных выше широко применяемых в анализе вспомогательных устройств с ИК-спектрометрами производства корпорации SHIMADZU могут быть также использованы следующие аксессуары:

- приставка для реализации метода диффузного отражения DRS-8000A;
- держатель пленок и тонких пластин;
- приставка для измерения спектров отражения при толщине покрытия более 1 мкм ATR-8000A;
- приставка для измерения спектров зеркального отражения при толщине покрытия более 1 мкм SRM-8000A;
- приставка для измерения спектров отражения при толщине покрытия менее 1 мкм RAS-8000A

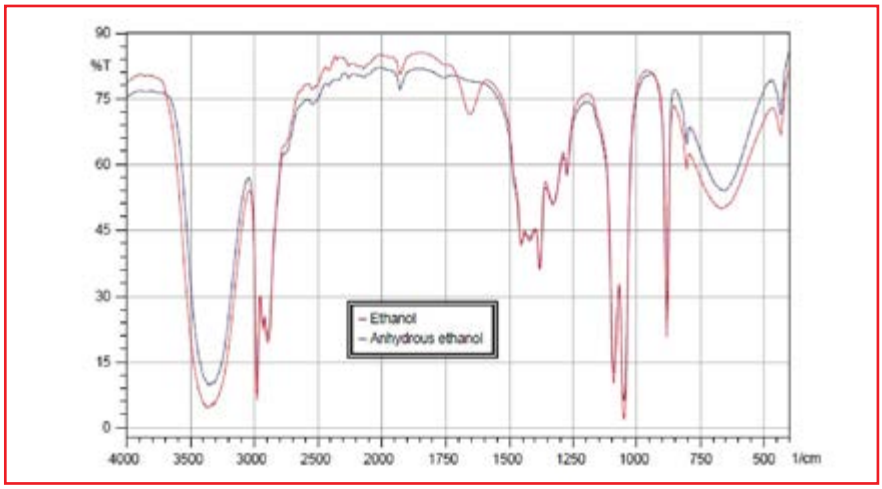

Фото № 5. ИК-спектры обычного и безводного этанола

SHIMADZU
Excellence in Science

Контактная информация:

Генеральный дистрибьютор аналитического оборудования SHIMADZU в Украине и Республике Молдова

ООО «ШимЮкрейн»
Украина, 01042, г. Киев,
ул. Чигорина, 18, офис 428/429.
Телефоны/факсы:
+380 (44) 284-54-97; 284-24-85;
390-00-23
shimukraine@gmail.com
www.shimadzu.com.ua