

自動拡散反射装置の確認試験への応用

Applications of Automatic Diffuse Reflectance Attachment for Identification

第十三改正日本薬局方には、固体試料の測定方法として、KBr錠剤法以外にATR法、拡散反射法が記載されています。拡散反射法は、粉末試料の測定方法として、FTIRの普及とともによく知られるようになりました。この方法は、錠剤を作る必要がないため前処理時間が少なくてすみやすいので、確認試験の方法として最近よく用いられるよう

になっています。

確認試験において、一度に多くの試料を測定する場合は、自動拡散反射装置を用いるとさらに測定の効率化を図ることができます。ここでは自動拡散反射装置を確認試験に応用した場合の操作手順をご紹介します。

装置の概略

Outline of Automatic Diffuse Reflectance Attachment DRS-8010ASC

Fig.1に示した自動拡散反射装置DRS-8010ASCは、バックグランドを含めて24個までの試料を一度に測定することができます。サンプルカップは6 mm i.d. × 1.5mm（深さ）のアルミ製です。ターンテーブルの制御は、BASICプログラムによって行います。

測定例

Example of Measurements with DRS-8010ASC

自動拡散反射装置を用いたときの測定例をFig.2に示しました。Fig.2は、2 wt%でKBr粉末に希釈した乳糖を3個のサンプルカップにつめて連続して測定した結果を重ね書きしたものです。再現性よく測定できているのがわかります。Fig.3はそれぞれのスペクトルをケルカムンク変換（K-M変換）した結果です。拡散反射スペクトルでは、弱いピークが強調される傾向がありますが、K-M変換することによって、KBr錠剤法（透過法）の結果に近づけることができます。



Fig.1 DRS-8010ASCの外観写真
DRS-8010ASC

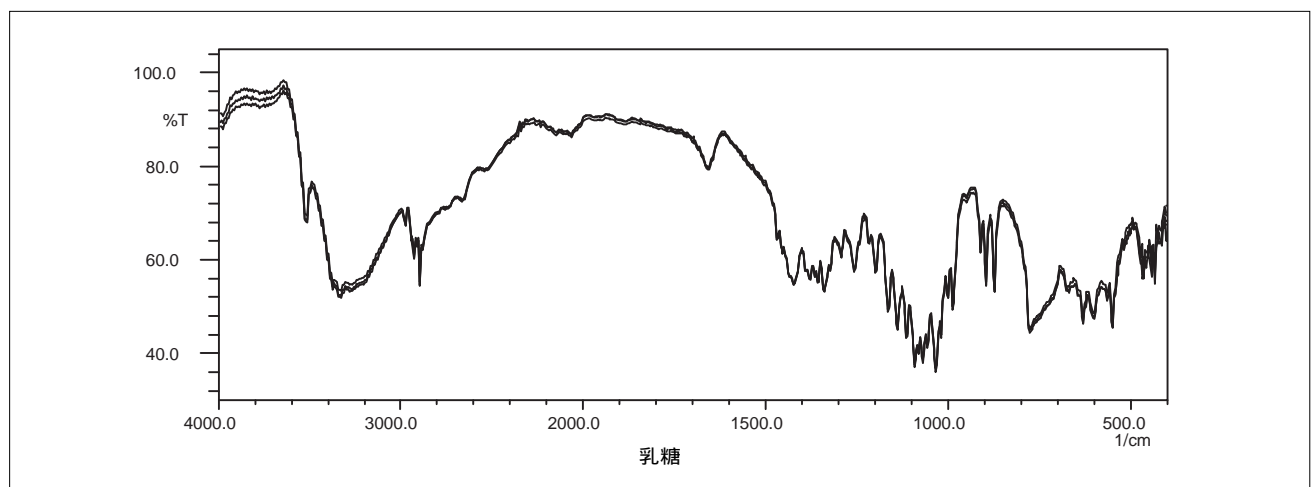


Fig.2 乳糖の拡散反射スペクトル（3回連続）
DRS spectra of Lactose (a series of three measurements)

Table 1 分析条件
Analytical conditions

Resolution	: 2cm ⁻¹
Accumulation	: 50
Apodization	: Happ-Genzel
Detector	: DLATGS

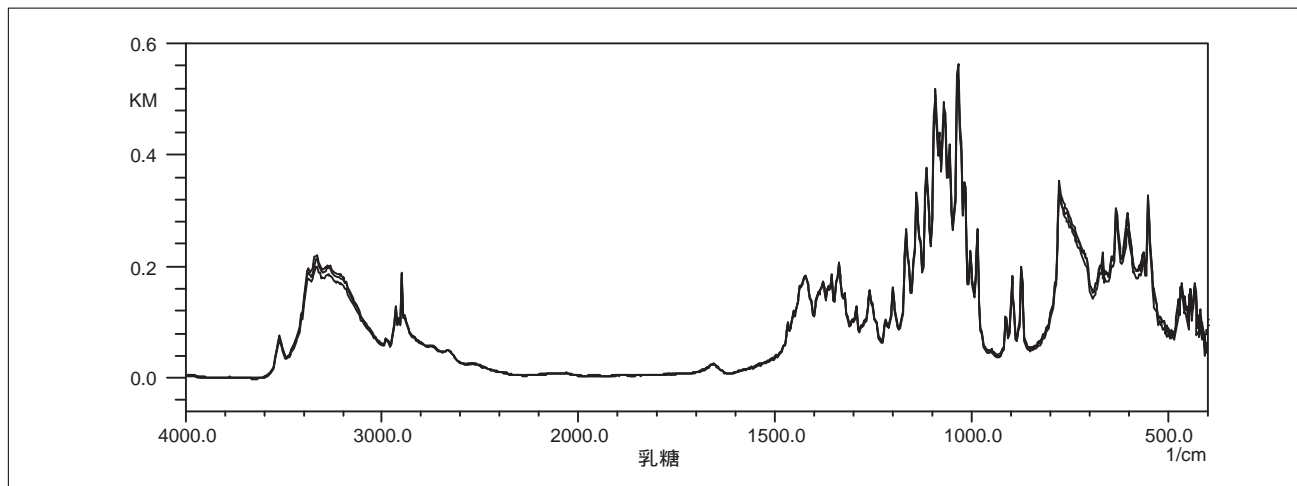


Fig.3 乳糖の拡散反射スペクトル (K-M変換後)
DRS spectra of Lactose (after K-M conversion)

応用例

Application of DRS-8010ASC

自動拡散反射装置を確認試験へ応用した場合の操作手順の一例をFig.4に示しました。自動拡散反射装置の制御はオプションのBASICプログラムを用いますので、「日

本薬局方対応プログラム」を併用すると、測定を自動化するだけでなく、スペクトルの評価まで自動で行なうことができます。Fig.5は計算後の印刷例です。

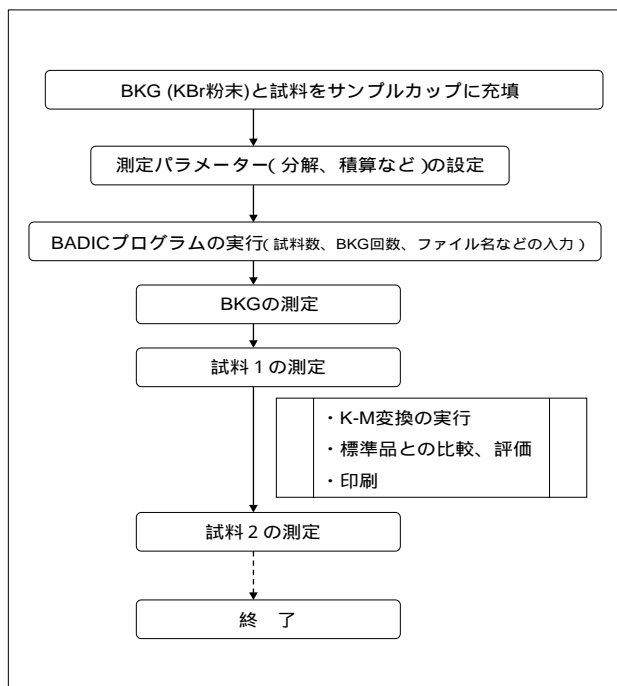


Fig.4 自動拡散反射装置による確認試験の操作手順例
Example of the Procedure for Identification with DRS-8010ASC

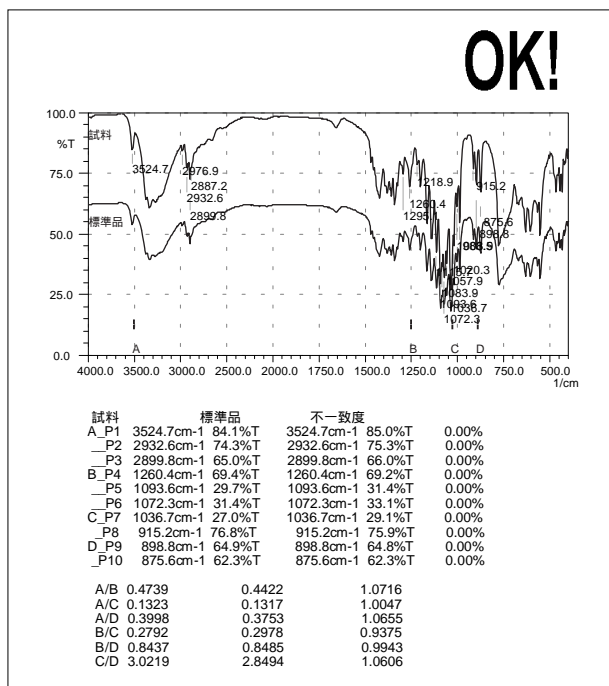


Fig.5 印刷結果の例
Example of Print