

KRS-5製フォーカス素子を用いたデュラサンプラーの応用例

Applications of DuraSampIIR with KRS-5 focusing element

DuraSampIIRは、1回反射ATR装置として、その有効性を何度かご紹介してきました。これまでご紹介してきた装置は、ダイヤモンドプリズム下のフォーカス用素子がZnSe製のものでしたが、今回、ZnSeの代わりに、赤外光の透過波数域がより広いKRS-5製のものを用いたDuraDiskが登場しました。前者では波数範囲が4000～600 cm^{-1} 程度であるのに対して、後者では、4000～400 cm^{-1} までの測定が可能になります。したがって、KRS-5製の

DuraDiskを用いると従来のDuraSampIIRの性能を生かして、さらに測定範囲を400 cm^{-1} まで広げることが可能です。

実際に有効なのは、波数範囲が4000～400 cm^{-1} までと決められている日本薬局方に準じた確認試験や600～400 cm^{-1} に吸収が確認できる物質の同定などの場合です。以下にその測定例をご紹介します。

(S. Takeuchi)

装置の概略

Outline of DuraDisk with KRS-5 focusing element

Fig.1にDuraSampIIRの光学系を示しました。今回紹介する装置は、ダイヤモンドプリズムの下のフォーカス用素子がKRS-5製になっています。

Fig.2にZnSe DuraDiskおよびKRS-5 DuraDiskのスループットを示しました。ZnSe(a)では、全体的にスループットは高いですが、500 cm^{-1} 以下で透過率が0であるのに対して、KRS-5(b)では400 cm^{-1} までフラットな透過特性を持っていることがわかります。それぞれのディスクは、交換が可能ですので目的に応じて使い分けることができます。

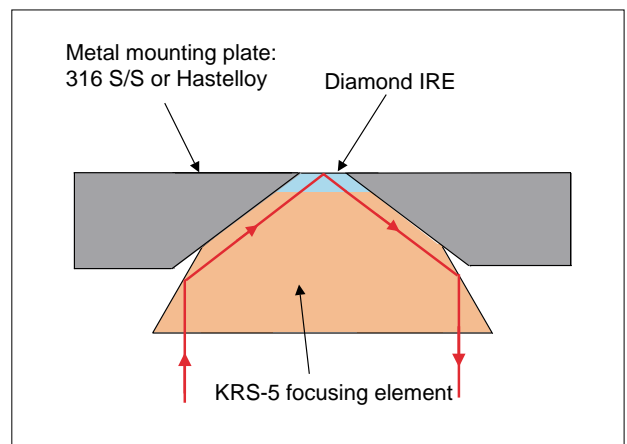


Fig.1 DuraDiskの光学系
Optical diagram of DuraDisk

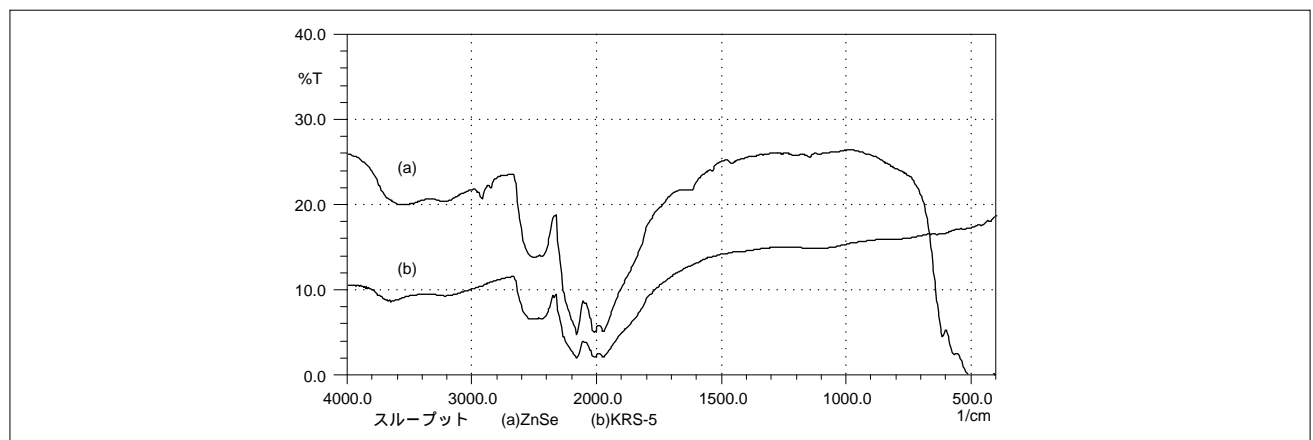


Fig.2 DuraDiskのスループット (a)ZnSe (b)KRS-5
Through-put of each DuraDisk

塩酸ジフェンヒドラミンの測定

Measurement of Diphenhydramine Hydrochloride

日本薬局方14局においては、塩酸ジフェンヒドラミンの確認試験法として、塩化カリウム (KCl) 錠剤法によることが規定されています。これは、従来の臭化カリウム (KBr) 錠剤法では、錠剤作成の途中でイオン交換反応が起こり、赤外スペクトルに変化を生じることが考慮されたためです。Fig.3は、KRS-5 DuraDiskを用いて測定した、塩酸ジフェンヒドラミンの赤外スペクトルで、良好なスペクトルが得られています。

薬局方においては、規定外の方法を用いる場合は、じゅうぶんなバリデーションを行なう必要があるとされてい

ますが、前処理を一切必要としない本法は、規定外の方法としても適用可能なことがわかります。

参考文献) (財)日本公定書協会編集, 第十四改正日本薬局方(2001), じほう

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Resolution	: 4cm ⁻¹
Accumulation	: 40
Detector	: DLATGS

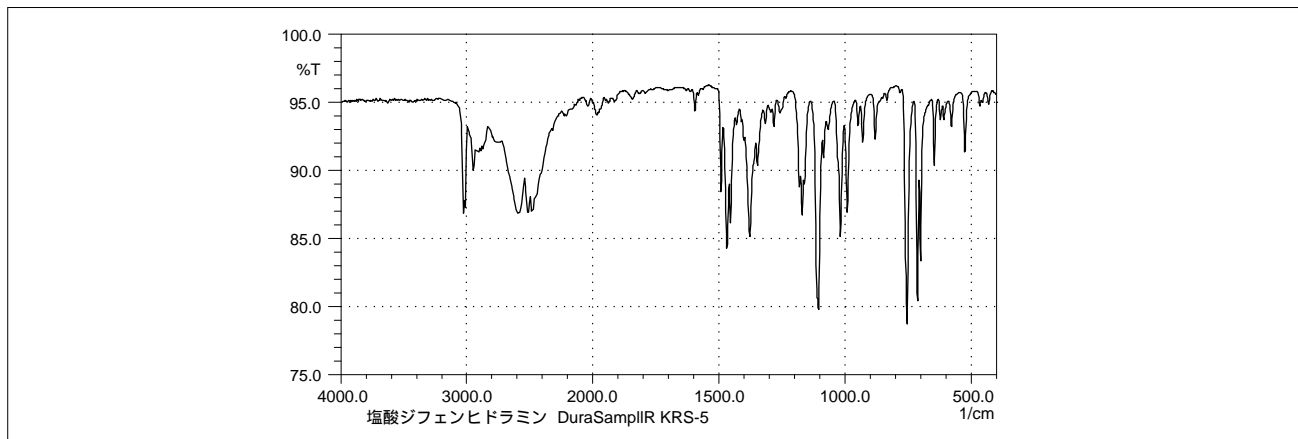


Fig.3 塩酸ジフェンヒドラミンのATRスペクトル (ATR補正済)
ATR spectrum of Diphenhydramine Hydrochloride

ポリマーの測定

Measurement of Polymer

600 ~ 400cm⁻¹に吸収が確認できる試料として二種のポリマーを上記分析条件で測定した結果を以下に示します。Fig.4は、FEP (四フッ化エチレン 六フッ化プロピレン共重合体), Fig.5はPVDC (ポリ塩化ビニリデン) のスペクトルです。それぞれ特徴的な吸収が低波数領域に確

認できます。

このように低波数領域に吸収を持つ化合物を前処理なく定性する目的には、KRS-5製素子を用いたDuraSampIRRが有効です。

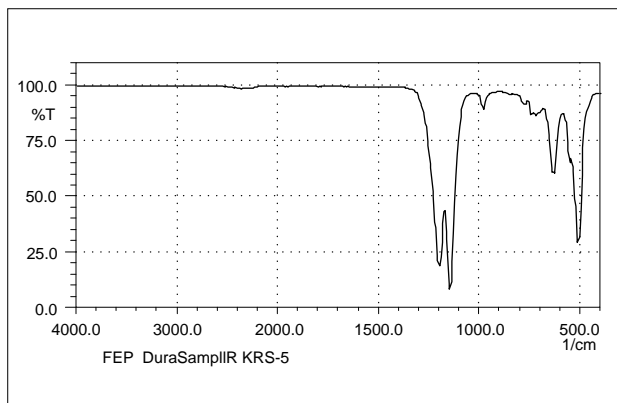


Fig.4 FEPのATRスペクトル
ATR spectrum of FEP

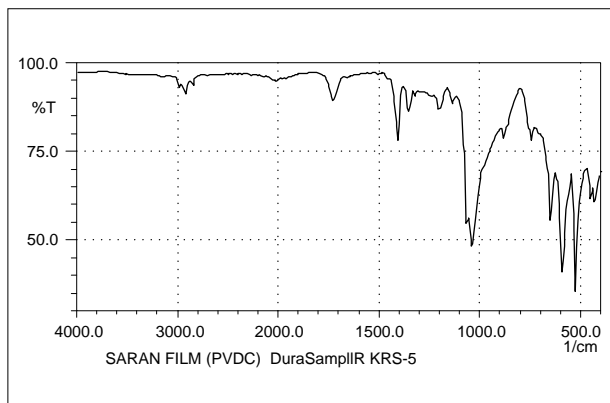


Fig.5 PVDCのATRスペクトル
ATR spectrum of PVDC

 **島津製作所** 分析機器事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

SHIMADZU CORPORATION
INTERNATIONAL MARKETING DIVISION

3, Kanda-Nishikicho 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 101-8448, Japan
Phone : (03) 3219-5641 FAX : (03) 3219-5710
Cable Add. : SHIMADZU TOKYO

3100-10101-18A-1K
2001.10