

島津試験 CSC ニュース No.163

乾式自動密度計アキュピック 1330 シリーズの 測定方式が日本薬局方に収載予定です！

日本薬局方フォーラム Vol. 12 No.1 (2003) に、“第十四改正日本薬局方第二追補”として収載予定の改正案が紹介されています。この中で、一般試験法として“粉体の粒子密度測定法”が新収載項目のひとつに挙がっています。これは、粉末状医薬品または医薬品原料の粒子密度を測定する方法であり、具体的には“気体置換型ピクノメータ”を用いる方法が採用されています。

島津・マイクロメリティックス 乾式自動密度計アキュピック 1330 シリーズは、この気体置換型ピクノメータ法を採用しており、上記一般試験法に完全に適合します。今回は、改正案の概要とアキュピック 1330 シリーズを用いた測定データ例をご紹介します。

粉体の粒子密度測定法

気体置換型ピクノメータを用いて測定する手法は、「密閉された系内において、粉体によって置換される気体の体積がその粉体の体積に等しいとみなす方法」であり、膨張プロセスに着目する手法すなわち定容積膨張法です。この方式で得られる密度は、気体が入り得る固体開孔部の体積を固固体積から除いて粉体の体積を評価するため、得られる密度は結晶密度にほぼ等しい粉体の粒子密度であることを意味します。

密度の定義

日本薬局方フォーラム Vol. 12 No.1 (2003) では、密度に関して次のような定義をしています。

- (1)結晶密度:空隙のない均一系とみなされ真密度とも称されるもの。
- (2)粒子密度:開口部のない空隙または気体により置換されない粒子内細孔も固体または粉体の体積として評価したもの。
- (3)かさ密度:粉体層内の空隙部分も固体または粉体の体積とみなすことからみかけ密度とも称される。通常、疎充填時をかさ密度、タップ充填時をタップ密度と区別する。



Fig. 1 アキュピック 1330 (新色)

測定原理

アキュピック 1330 シリーズでは、一定体積 V_{CELL} の試料室中に、体積 V_{SAMP} の試料をを充填し、系内をヘリウムで満たした時の系内圧力 P_a とします。次に、バルブを閉じ、試料室のみヘリウムガスを加え圧力 P_1 まで増加させます (Fig.2 上図)。その後バルブを開け、別の一定体積 V_{EXP} の膨張室と試料室を接続すると、膨張により系内圧力は P_2 に減少します (Fig.2 下図)。

この場合試料体積 V_{SAMP} は、以下の式で求めることができます。つまり、予め試料室と膨張室の体積を校正しておけば、膨張プロセスでの圧力変化を測定するだけで、試料体積を求めることができます。

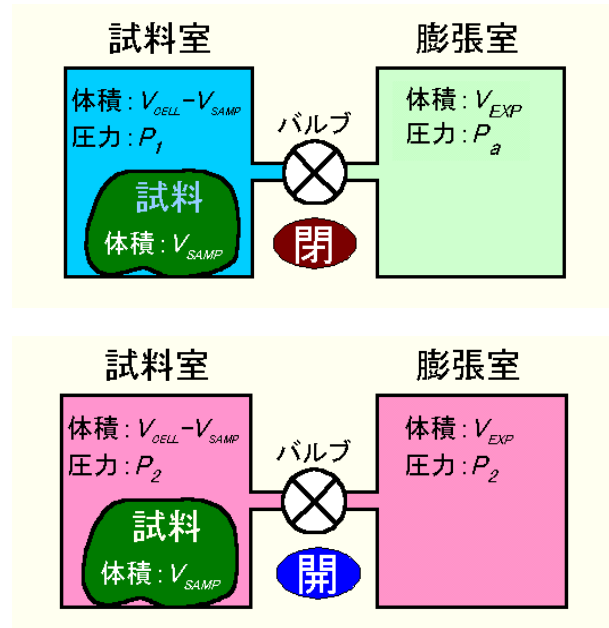


Fig. 2 測定原理図

$$V_{SAMP} = V_{CELL} - [(V_{EXP} / \{ (P_1 - P_a) / (P_2 - P_a) - 1 \})]$$

測定上の注意事項

- ・ 体積既知の校正球を使用して、試料室、膨張室の体積は 0.001cm^3 まで正確に求めておくこと。校正球の体積も 0.001cm^3 まで正確に求めておくこと。
- ・ 測定は 15 ~ 30 で行い、測定中に 2 以上の温度変化が無いこと。
- ・ 体積値が繰り返し測定で 0.5% 以内で一致することを確認すること。

特長

液体を使わない乾式の測定法ですから、液体を使用する湿式法に比べて、以下の特長があります。

- 試料の液体への溶解や、濡れ性を考慮する必要がありません
- 試料の回収、同一試料での繰り返し測定が可能です
- 粉体、水分を含む試料、蒸気圧が低ければ液体でも測定可能です

測定例

Table.1 密度測定例 (アキュピック 1330、 10cm^3 モデル使用)

試料名	密度 (g/cm^3)	測定条件	
ステアリン酸マグネシウム	1.0570	パージ回数:30 測定温度:23	ヘリウムガス使用、 初期導入圧 19.5psig
軽質炭酸マグネシウム	2.2254		
トウモロコシデンプン	1.4940		
牛乳	1.0385	パージ回数:3 測定温度 26	平衡判定 0.01psig/min
プレーンヨーグルト	1.0297		