

医薬品分野への応用（その5）

乳糖の比表面積測定例



GEMINI & 前処理装置

乳糖は水溶性であり、生体に対する反応性が小さいため医薬品の賦形剤として使用されます。そして、賦形剤であっても有効成分と同様の溶解性が求められることは言うまでもありません。この溶解性を左右する大きなファクターが比表面積です。ここでは乳糖の比表面積測定結果と難しいといわれる試料前処理法を紹介します。

測定に使用した装置：自動比表面積測定装置 GEMINI 2360

GEMINI 2360はガス吸着法による比表面積測定装置です。

独自の双子セルを使用することにより、多点法比表面積や1点法比表面積を短時間に自動測定できます。またリファレンス側とサンプル側の差圧を見ているので微少な吸着量を高精度に検出できます。

測定結果

GEMINI 2360による比表面積測定結果をTable1に、BETプロットをFig.1に示します。Fig.1の6点のBETプロットが極めて高い直線性を示していることから、BET多点法による比表面積測定結果の信頼性が高いことがわかります。また、直線が原点付近を通過していることから、簡易法であるBET 1点法も適用可能といえましょう。Table 1ではデータの再現性および多点法と1点法の比較を示してありますが、1点法でもややズレているものの多点法に近い比表面積が得られることがわかります。このようにBET 1点法を使う場合でも、多点法でその適用性を確認しておくことが必要であり、GEMINI 2360では多点法、1点法いずれのデータも得られます。

Table 1 比表面積測定結果

試料名	多点法 m^2 / g	一点法 m^2 / g	使用試料重量 g
乳糖 1回目	0.38	0.37	3.1760
乳糖 再現性	0.38	0.37	3.1361

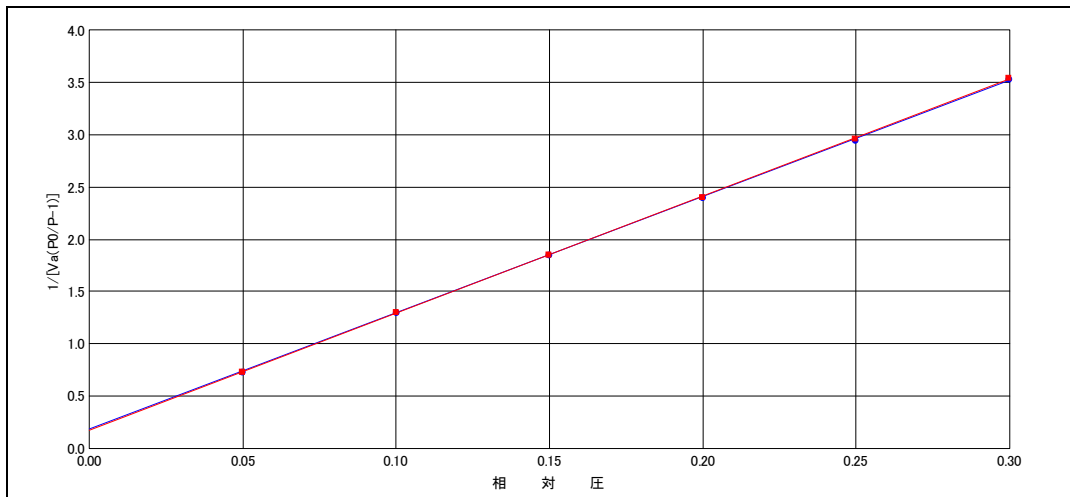


Fig.1 BETプロット

前処理条件の決定

ガス吸着法による比表面積測定の場合、試料表面の水分や不要ガスを除去しておかなければなりません。通常、試料を加熱したり減圧下に置いたりして前処理を行います。この前処理が適当でないと測定結果に再現性がなかったり、BETプロットで直線性が得られずデータの信頼性が欠如するという事態がおこります。特に医薬品関連の試料の場合、吸湿性が高かったり、熱による分解が起こりやすいため、前処理には注意を払う必要があります。

Fig.2には島津示差熱・熱重量同時測定装置DTG-60で乳糖の熱特性を測定した結果を示しています。水分が103~170 付近で蒸発していますが、これはほとんどが結晶水と推定されます。180 付近には熱変化を示すピークが見られます。また、200 を超すと融解も生じていることがわかります。したがって、乳糖では100 以下の温度で前処理すべきであるといえます。そこで、今回の比表面積測定の前処理条件はTable 2のようにしました。このように、未知試料を能率よく、正確に測定するためには熱分析装置の併用もお勧めいたします。

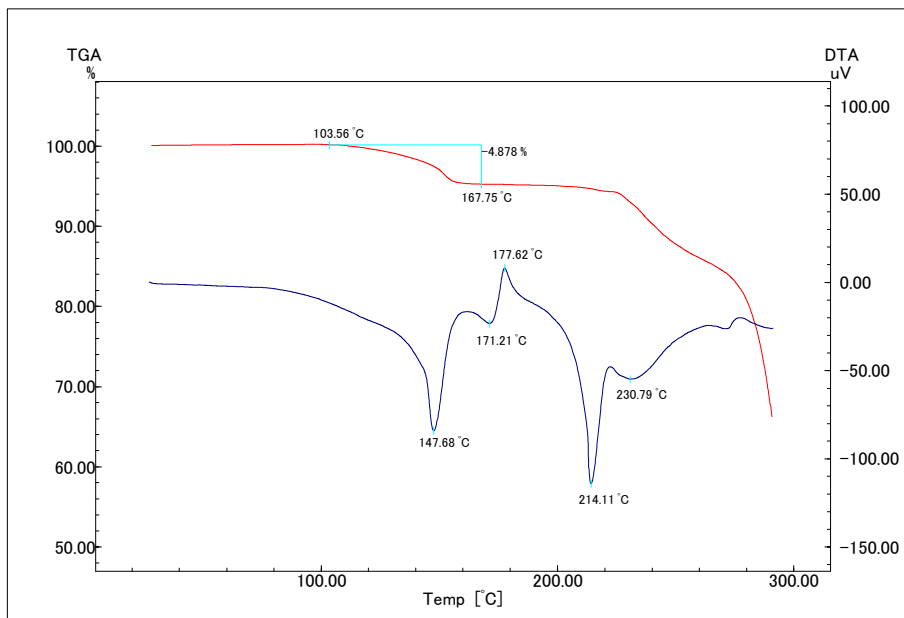


Fig.2 乳糖の熱分析データ

Table 2 前処理条件

加熱温度	前処理時間	前処理方法
80	60分	窒素ガスをフロー