

Waters™

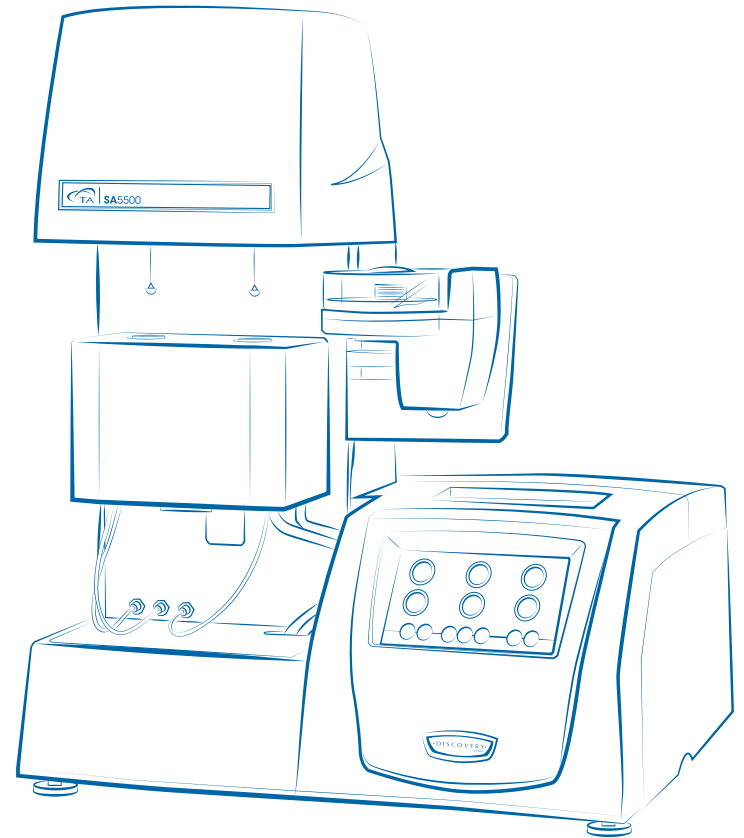


Discovery SA
水分吸脱着重量分析装置



High Performance
Dynamic
Vapor Sorption

Highest
Productivity
Best Accuracy
Widest Humidity
Controlling Range



DISCOVERY SA | DVS -動的水分吸脱着

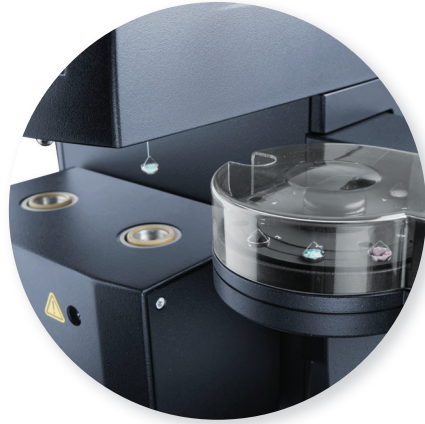
TAインストゥルメントから世界で最も効率的な水分吸脱着(DVS:DYNAMIC VAPOR SORPTION)分析装置、Discovery SAをご紹介します。新たな水分吸脱着分析テクノロジーによって進化した各種機能や、最高レベルの測定性能を体感してください。Discovery SAは業界をリードする高いパフォーマンス、非常に広い湿度制御範囲、使いやすさにより、多くのお客様にご満足いただける水分吸脱着測定装置となりました。





最高精度の吸脱着データ

サンプルとリファレンスが同じ条件の温度/湿度に曝される対称型マイクロ天秤と高性能湿度チャンバーにより、業界トップの安定したベースラインと重量分解能を実現しました。これによりDiscovery SAでは、少量の材料や疎水性サンプルの正確な吸脱着挙動分析が可能です。



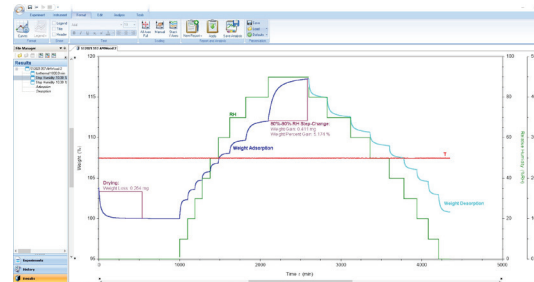
生産性と信頼性

オートサンプラーと自動充填式加湿器により、最大10または25サンプルのオート測定を設定できます。高温、高湿度の測定や長時間にわたる測定でも、ユーザーの操作なしで24時間365日の測定と絶対的な信頼性を提供します。



操作性とコンプライアンス

アプリ形式のタッチスクリーンと米国FDAによる規約(21 CFR Part 11)に準拠したTIROSソフトウェアにより、装置の制御、測定条件設定などの測定準備からデータ解析まで一貫したストレスフリーな測定環境を構築できます。



DISCOVERY SA | 計量性能

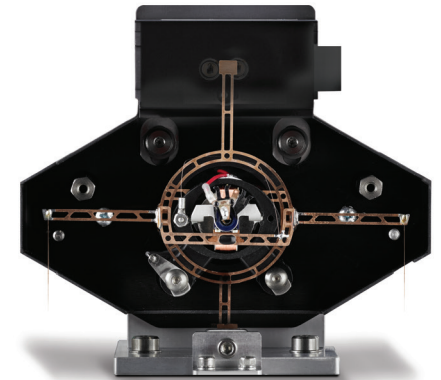
SORPTION ANALYSIS of your MATERIAL with **ULTIMATE ACCURACY** and **RESOLUTION**

Tru-Mass Balanceシステムでは、あらゆる外部環境下で高感度な測定を行うため、積極的に温度を制御しています。これにより測定困難なサンプルでも湿度吸脱着挙動を正確に測定できる業界トップの重量分解能と僅かな重量ドリフト(Tru-Mass)を実現することができました。競合装置と比較しても、Discovery SAは、あらゆる測定条件において、より高い重量分解能と優れたベースライン安定性を示します。これにより、少量のサンプルや吸着量の少ないサンプルの吸脱着挙動評価においても、業界トップの重量精度を保証します。

天秤の特徴と利点:

- Ultra-low重量ドリフト天秤により、わずかな重量変化でも正確に検出
- サンプルのサイズに依らず最高レベルの重量感度を保証するオートレンジ機能搭載の大容量(1000mg) Tru-Mass™天秤
- リアルタイムに正確なデータを取得できる、低ドリフトかつ高感度な温度制御天秤

TA独自のTru-Mass™天秤により、純粋な重量変化挙動をリアルタイムに確認できます。

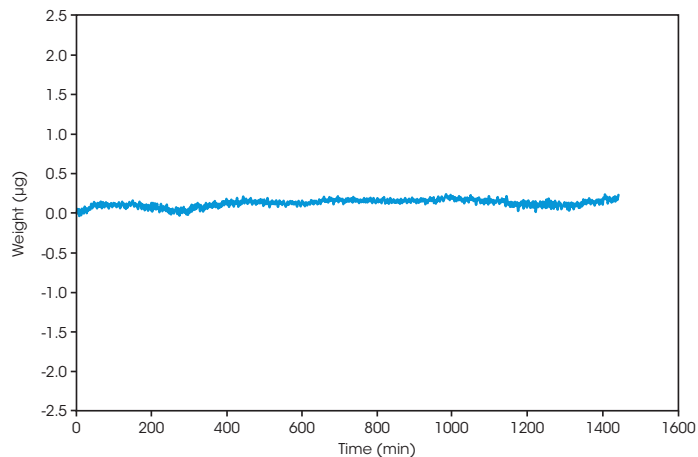


Low **DRIFT**
High **CAPACITY**
Most **ACCURATE DATA**

Industry Leading WEIGHING PERFORMANCE

Tru-Mass™天秤は、1000 mgの重量変化においても0.01 μ gの重量分解能で測定できます。洗練された対称型マイクロ天秤システムと効率的な温度制御性能により、どのような測定条件下でも正確な重量測定が可能になります。Discovery SAIは、24時間で $\pm 0.25 \mu$ gの等温ベースライン安定性と、温湿度制御範囲で $\pm 1 \mu$ gの低ドリフトが特徴です。業界をリードする重量検出性能を搭載したDiscovery SAIは、通常では測定困難なサンプルでも正確かつ容易に分析できます。

テスト条件	ベースライン安定性
25 °C 等温 20 % RH において 24 時間	$\pm 0.25 \mu$ g
RH一定速度変化 5 ~ 85 %	$\pm 1 \mu$ g
T一定速度変化 25 ~ 85 °C	$\pm 1 \mu$ g

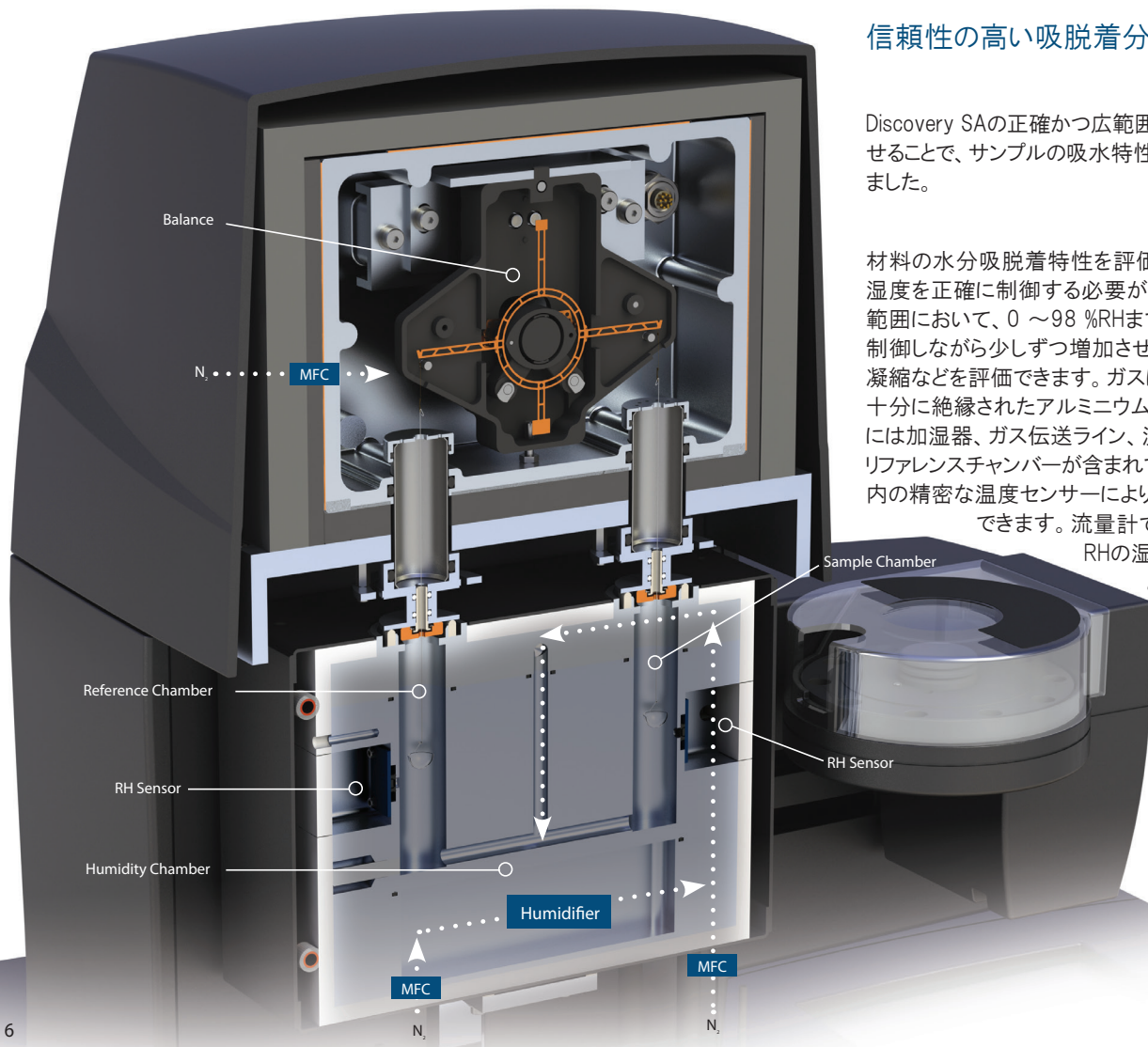


テクノロジー | 幅広い湿度制御範囲

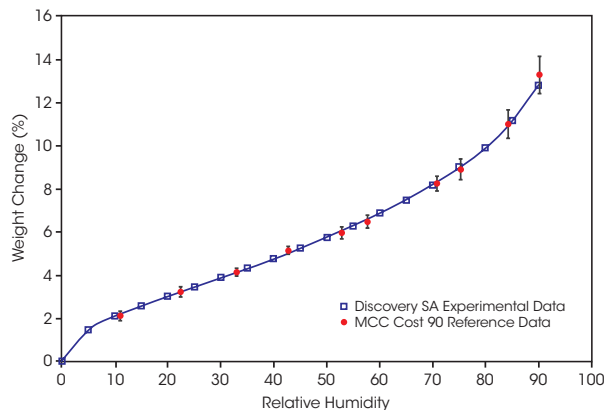
信頼性の高い吸脱着分析のための正確な広範囲湿度制御

Discovery SAの正確かつ広範囲な湿度制御能と業界トップの重量分解能を組み合わせることで、サンプルの吸水特性を正確に測定、分析、最適化することが可能になりました。

材料の水分吸脱着特性を評価するには、完全に乾燥した状態から結露直前まで湿度を正確に制御する必要があります。Discovery SAでは、5 ~ 85 °Cの全温度範囲において、0 ~ 98 %RHまでの湿度制御が可能です。この範囲において湿度を制御しながら少しずつ増加させることで、材料表面の吸着、吸収、水和、細孔での凝縮などを評価できます。ガスは2つの流量計によって正確に計量され、対称的かつ十分に絶縁されたアルミニウムブロックに配分されます。このアルミニウムブロック内には加湿器、ガス伝送ライン、混合ラインに加えて、アクセスしやすいサンプルおよびリファレンスチャンバーが含まれています。熱電対(ペルチェ)とクロードループシステム内の精密な温度センサーにより、ブロック内部を5 ~ 85 °Cの温度範囲で正確に制御できます。流量計で飽和湿潤ガスと乾燥ガスの流量を調整し、0 ~ 98 % RHの湿度範囲を制御します。同一のRHセンサーがサンプルおよびリファレンス部に隣接して配置されており、湿度を継続的に取得します。この設計により、正確な温度制御、一貫したサンプルおよびリファレンスチャンバー内の雰囲気、優れたベースライン安定性と重量分解能を実現することができます。



SOPHISTICATED TECHNOLOGY Providing ACCURATE AND REPRODUCIBLE HUMIDITY CONTROL



湿度制御

微結晶性セルロース(MCC)は、良く知られている吸湿特性を備えた材料です。左図は、Discovery SAで測定されたMCCの水分吸着に伴う重量変化を横軸RHとしてプロットした図です。赤いプロットはリファレンス値であり、複数のラボ測定に基づき認定されたデータです。Discovery SAで測定されたデータは、RHの全範囲にわたってリファレンスの値と一致しており、下記の項目において非常に信頼性の高いデータが取得できることを示しています。:

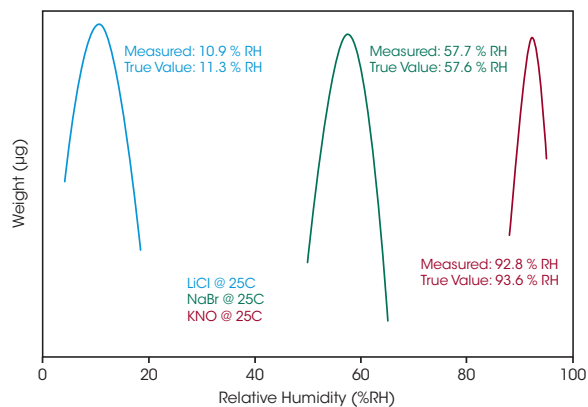
- 0 %RHにおけるMCCの初期乾燥性能
- Discovery SAの湿度および温度制御の精度。

湿度制御性能の検証

Discovery SAを制御するTRIOSソフトウェアには、潮解法を用いた湿度検証機能が組み込まれており、ユーザーはサンプルの湿度レベルを検証することができます。

この測定方法は、ASTME2551に準拠しています。

左図は、3つの潮解性塩を使用して25°Cにおける湿度制御性能の検証データをまとめた結果です。



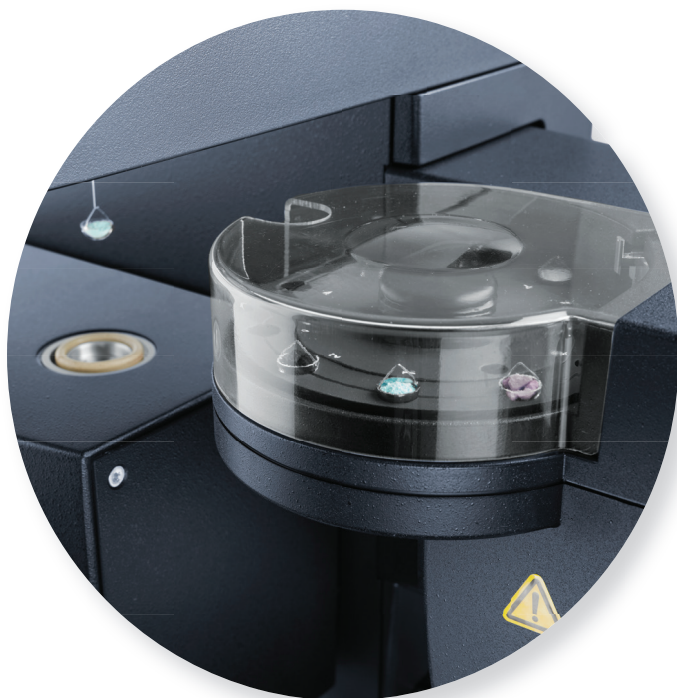
Discovery SAの湿度制御は、11~93 %の広い範囲で±1 %以内の精度であることが証明されています。



テクノロジー | 信頼性の高い自動化により生産性が向上

吸脱着分析の測定効率向上

装置一体型であるDiscovery SAのオートサンプラーでは、自由に設定可能なマルチポジション型サンプル回転台を採用しており、半球形石英(または金属被覆石英)のサンプルパンで最大10サンプル、オプションであるプラチナ、あるいは密閉アルミニウムパン付きのオプショントレイでは最大25サンプルまで自動分析することが可能です。この設計により、バランスを崩すことなく、スムーズかつ効率的にサンプルパンをロード/アンロードすることができます。サンプルパンの風袋引き、ロード、サンプルの計量、オートサンプラーの移動、湿度チャンバーの移動、パンのアンロードなど、サンプルテストのすべての動作を自動化し、ソフトウェアで制御することが可能です。Discovery SAでは、独創的なハードウェアとTRIOSソフトウェアを組み合わせることで、事前にプログラムした測定やデータ処理、比較結果の表示が自動化され、測定効率を最大限まで向上させることができます。



AUTOMATION facilitates laboratory WORKFLOWS and increases RELIABILITY

サンプル材料に適したサンプルパン

Discovery SAでは半球形の石英あるいは金属コーティング石英サンプルパン(180 μ L)、オプションであるプラチナサンプルパン(100 μ L)を使用できます。石英パンは、大容量かつ帯電防止機能に優れており、吸脱着分析において一般的なオープンデザインを採用することで、良好なガスとサンプルの接触および高速平衡化が可能です。プラチナパンは、ほとんどの材料のTGA分析に使用でき、サンプルとガスを良好に接触させることができます。さらに最大25ポジションのオートサンプラートレイにより、測定効率を向上させることができます。密閉アルミニウムパンは、水分を容易に吸着するサンプルや揮発しやすいサンプルを正確に測定するために使用します。アルミパンに入ったサンプルは、蓋で密閉されてからオートサンプラートレイに乗せられます。密閉サンプルパンにサンプルを封入することで、サンプルと外部の接触がなくなります。天秤にサンプルパンをロードする直前、オートサンプラーのパンパンチ機能により蓋を開封します。



連続吸脱着測定用の信頼性の高い自動給水システム

加湿器内の水は、長時間の吸脱着測定や高湿度での測定を実行する際に大量消費されます。一般的な吸脱着分析装置では、ユーザーが定期的に水位をチェックし、加湿器に水を手動で補充する必要があります。新たなDiscovery SAは、自動で加湿器に水を充填可能な業界唯一の機器です。レベルセンサーで加湿器の水位を測定し、補充ポンプで制御します。補充ポンプは、必要に応じて加湿器の外部ストレージボトルから自動的に水を供給します。この独自の機能により、人為的なミスが発生しやすい水位の監視が不要になります。この機能はオートサンプラーと共に、吸脱着測定の信頼性と測定効率をこれまでになくレベルにまで高めます。





PORT A

SA | Status: Idle | 30.00 °C | 5.00 %RH

SYSTEM INFO

SIGNALS

SETTINGS

METHOD

AUTOSAMPLER

UTILITIES

SA | Status: Idle | 30.00 °C | 5.00 %RH

Event1

Disable Makeup Pump

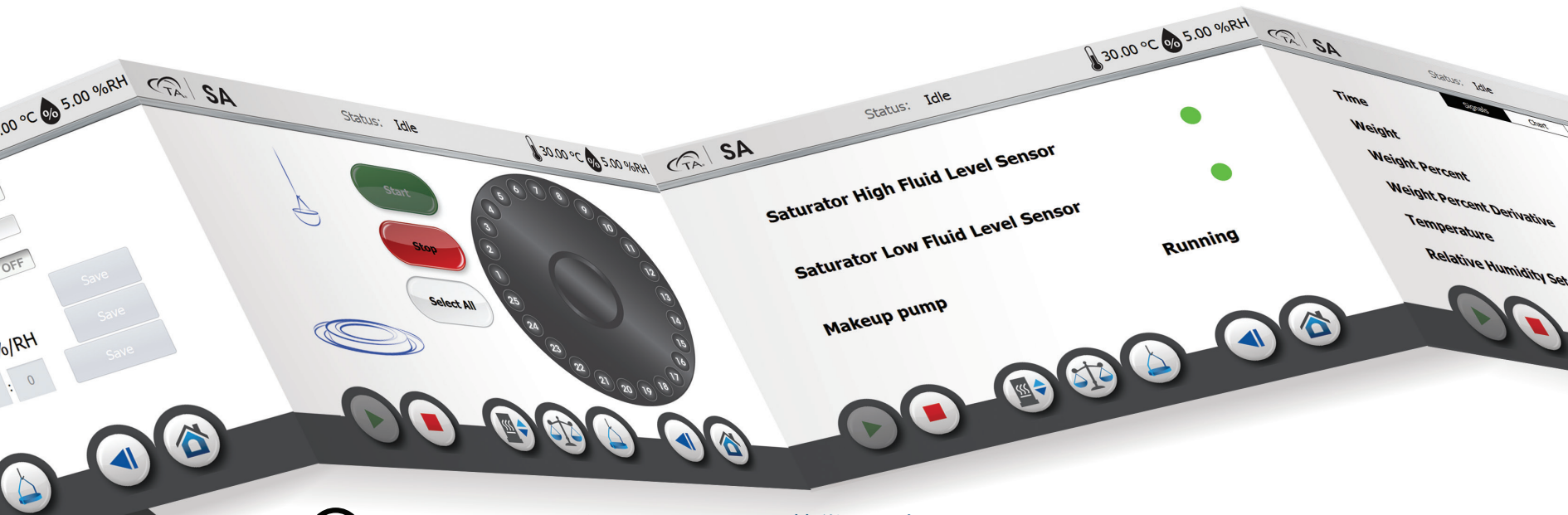
Disable Heat Exchanger

Standby Temperature 30.00 °C

Standby Humidity 5.00 %RH

Screensaver OFF

TECHNOLOGY | “APP” STYLE TOUCH SCREEN



タッチスクリーンの特徴と利点:

- 見やすく操作しやすい、人間工学に基づいたデザイン
- 操作の簡易化およびユーザーの使用感を向上させる機能を装備したアプリ形式タッチスクリーンには以下が含まれます。:
 - 測定の開始/停止
 - 測定と装置のステータス
 - リアルタイムシグナル
 - リアルタイムプロット
 - アクティブメソッド表示
 - アドバンスメソッドセグメント
 - オートサンプラーキャリブレーション
 - バンのロード/アンロードおよび風袋引き
 - システム情報

アプリ形式のタッチスクリーン、TRIOSソフトウェア、自動校正/検証機能が可能な信頼性の高いオートサンプラーがすべて滑らかに連動することで、ユーザーの手間を減らし測定効率を劇的に向上させます。

テクノロジー | ソフトウェア

装置制御だけでなくデータ解析やレポート作成までこなす、ユーザーの強い味方であるTRIOSソフトウェアをご紹介します。複数のキャリブレーション設定、リアルタイムでの測定条件変更、外部とのデータや測定条件の共有などの新機能による高い自由度と、ワンクリック分析やカスタムレポート作成による利便性が、測定の質を新たなレベルに引き上げます。



TRIOS 特徴:

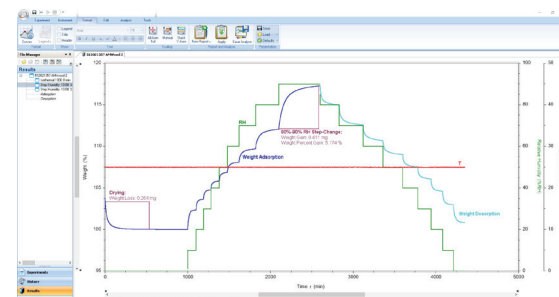
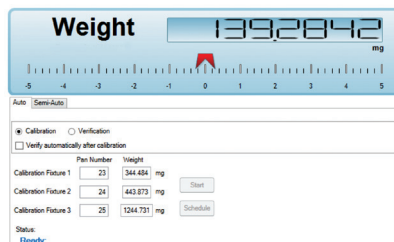
- 1台のPCとソフトウェアパッケージで複数の測定装置が制御可能
- DSC、TGA、DMA、SDT、レオメーターなど別の測定装置のデータの重ね合わせや比較が可能
- 測定効率を向上させるアングルトック繰返し分析
- 自動カスタムレポートの作成機能: 実験の詳細、データプロット、表、および解析結果
- テキスト、CSV、XML、Exce®、Word®、PowerPoint®、画像形式など、様々な形式でデータ出力可能
- TRIOS Guardian: 監査証跡とデータ整合性を保証する電子署名を備えたオプションツール

使いやすさ

TRIOSソフトウェアにより、キャリブレーションと操作が簡単になります。ユーザーはさまざまな測定条件(ex.温度、湿度)で複数のキャリブレーションおよび検証用測定条件を簡単に作成・測定を行い、使用するデータをサンプルの測定条件に合わせてスムーズに切り替えることができます。リアルタイムのシグナルと実行中の測定の進行状況はいつでも確認でき、測定条件を変更する必要がある時には自由に変更できます。TRIOSソフトウェアは、業界最高レベルの自由度を提供します。

完全なデータ記録

高度な収集システムが関連するすべての信号、アクティブなキャリブレーション、システム設定を自動で保存します。この包括的な情報は、メソッド開発、手順展開、データ確認に欠かせない要素です。



The Most VERSATILE CONTROL and ANALYSIS SOFTWARE covering the COMPLETE WORKFLOW

完全なデータ解析機能

測定中でも実施できるリアルタイムのデータ解析のための、包括的な関連ツールを利用できます。TRIOSにシームレスに統合された優れた汎用性の高い機能によって材料の挙動を実践的に把握できます。

標準SA解析:

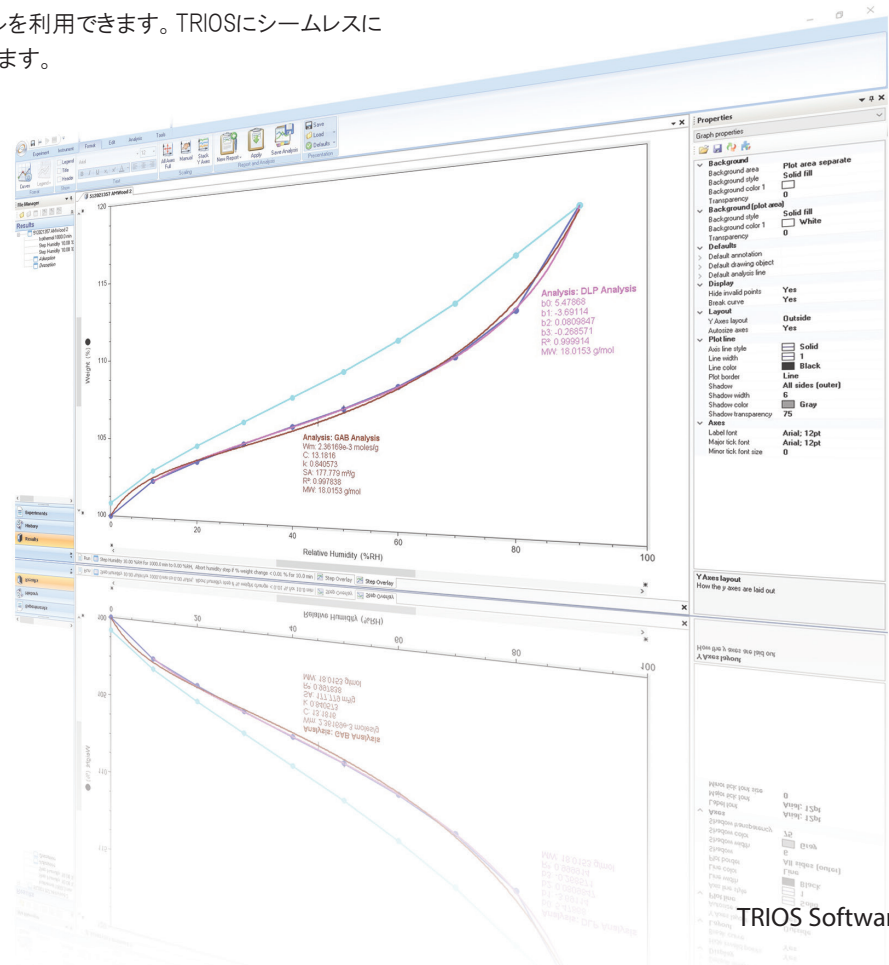
- 吸着等温線または等温線(相対湿度あるいは温度に対する重量変化のプロット)の作成
- 乾燥時の重量減少量
- 任意の時間、相対湿度、温度におけるサンプルの重量
- 開始および終了分析
- ステップ転移分析
- 一次および二次微分
- TRIOSを用いてSAデータを簡単に入出力

高度な分析機能:

- 指数および多項式カーブフィッティング
- 吸着速度論解析
- ヘンリー、ラングミュア、DLP、BET、GAB吸着モデル
- ユーザー定義の変数とモデルを使用した高度なカスタム分析

レポート生成

測定結果は、グラフおよび数値形式のレポートとして出力可能です。フォーマットテンプレートを事前にカスタマイズしておくことで、定期的なレポートの生成に費やす時間を節約できます。



吸着等温線モデリング

TRIOSは、装置の制御、データ評価、任意の等温線モデルによる測定データのモデリング、レポートの生成など、ワークフロー全体をカバーできる唯一のソフトウェアです。吸着等温線データは、5つの吸着等温線モデルに合わせて簡単にフィッティングさせることができます。データフィットにより決定したモデルのパラメータを用いて、比表面積などの特徴的な材料特性を評価可能です。以下のリストは、TRIOSに組み込まれた吸着等温線モデルとそれぞれの特性の概要を示しています。

ヘンリー等温線

湿度と吸着と線形関係を提供する1パラメータモデル。通常、低湿度環境における吸着等温線の線形領域のみを表すのに用いられます。ヘンリーパラメータは、原点を通る吸着等温線の傾きを示します。

ラングミュア等温線

低湿度での吸着量が多く、高湿度で飽和するタイプ型等温線を説明する2パラメータモデル。パラメータは原点を通る等温線の傾きと、単分子層の体積を示しており、材料の比表面積を計算できます。

BET等温線

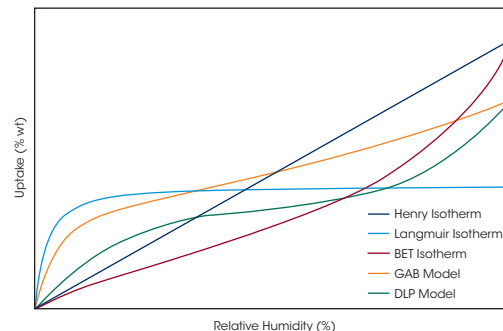
飽和に到達しない多層吸着であるタイプII型等温線を説明する2パラメータモデル。パラメータは原点を通る等温線の傾きと、単分子層の体積を示しており、材料の比表面積を計算できます。

GAB-Model

BET等温線のパラメータを3つに変更することで、高湿度まで適用範囲を拡張したモデル。パラメータは原点を通る等温線の傾き、吸着分子の相互作用、単分子層の体積を示しており、材料の比表面積を計算できます。

DLP-Model

データ補間に優れた4パラメータ多項式モデル。パラメータの物理的な意味はありません。



TRIOSソフトウェアではモデルのパラメータを容易に決定し、測定データを各モデルにフィッティングさせることができます。モデリングにより、ユーザーは等比体積の吸着熱を決定するだけでなく、測定範囲以外のデータを推定できます。物理モデルのパラメータは、サンプルの水分吸脱着挙動や表面積など、材料特性に関する様々な考察を可能にします。

TRIOS GUARDIAN | CFR 21 PART 11 COMPLIANT SOFTWARE FOR REGULATED LABORATORIES

TRIOS Guardianは、米国FDAによる規約(21 CFR Part 11)に準拠したソリューションソフトウェアです。標準のファイルシステムを使用しているため、メンテナンスの手間やコストがかかるサードパーティのデータベース、ハードウェア、ソフトウェアなどが一切不要です。Guardianは、主に規制が厳しい研究所向けに設計されており、管理者以外のユーザーに対するアクセス制限とシステム記録プロトコルが設定できるようになります。これらのツールを使用により、食品医薬品局によって確立された電子記録および電子署名規則(21 CFR Part 11)に準拠できます。

特徴

- ユーザーへのアクセスの制限: システム管理者は、任意のユーザーのソフトウェア内の各種機能に対するアクセスを制限。ユーザーのリストは、すべてのローカルおよびドメインベースのWindowsユーザーアカウントで機能するように結合。
- ユーザーレベル: ユーザーには、標準ユーザーレベルまたは基本ユーザーレベルのいずれかが割り当てられる。標準ユーザーは、ソフトウェアの全機能にアクセス可能。
- 監査証跡: WindowsユーザーIDを含む、コンピューターで生成されたイベントの時間/日付ログ(ソフトウェアに固有)。また、オーサーシップを主張する機能を含む。
- 電子署名: ユーザーはドキュメントに電子署名。署名は、結果ログのエントリとして追加。
- 結果ログ: 測定条件と装置パラメーターのログが各データファイルに保存。測定結果および解析結果もファイル内に保存。
- PDFファイルの作成: TAインストルメントのソフトウェアには、PDFファイルジェネレーターが組み込まれ、これによりドキュメントをPDFファイルとして保存可能。
- ファイルチェック: Guardianは、ロードされたデータファイルが改ざんまたは変更されていないことを自動検証。ソフトウェアが変更を検出した場合、データファイルは開かず、Guardianは通知ログにてメッセージを投稿。これらのイベントは、監査証跡にも記録。

機能

- すべてのDiscoveryシリーズ 熱分析装置と互換性がある。
- 標準のTAインストルメントソフトウェアファイルシステムを採用。サードパーティのデータベース、ハードウェア、またはソフトウェアは不要。
- PCのWindowsユーザーアカウントとそれに関連する強制パスワードポリシーに直接接続。



基本的なユーザー権限

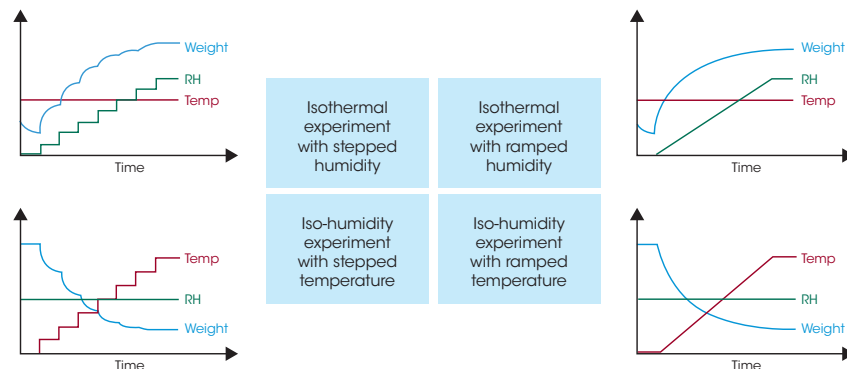
ユーザー権限を制限することで装置を守る

- 装置キャリブレーションを防止
- 保存されたプロシージャのみ実行可能
- 手順の作成および編集を防止
- 装置ソフトウェアのダウンロードを防止
- 装置オプションの変更を防止
- 構成済みのジオメトリファイルのみを選択可能

TECHNOLOGY | MEASURING PRACTICE

吸脱着分析-実験手順

吸脱着分析は、サンプルと湿度の相互作用を定量化する測定です。サンプルの重量は、制御された温度(T)および相対湿度(RH)の条件下で測定されます。これらのパラメータの片方(TまたはRH)は一定に保たれ、もう片方はテスト中に段階的または連続的に変化していきます。以下の表は、Discovery SAIによる吸脱着測定で適用可能な4つの制御モードの概要を示しています。



TRIOSソフトウェアとDiscovery SAIにより、ユーザーは各アプリケーションケースに最適なデータを取得する測定モードを選択できます。

RHまたはTの段階的な変化に伴い、サンプル重量が瞬間的に変化し、十分に長い時間を経て平衡に到達します。平衡までに必要な時間は、サンプルと実験条件に依存するため、データからサンプルの吸着速度を算出することができます。RHを段階的に変化させると、水分の吸着速度に加えて、総吸着量が得られます。これは、サンプルの水分拡散係数を決定する重要な情報になる可能性があります。

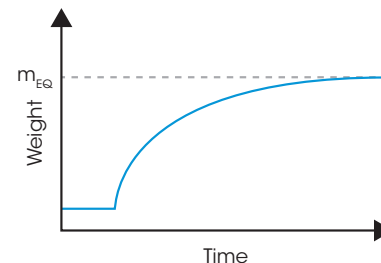
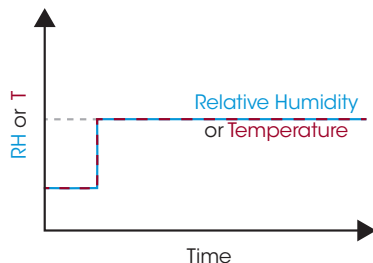
そのため、標準的な方法として一定温度におけるRHを段階的に変化させる手法があります。RHの代わりに温度(T)を変化させることでも貴重なデータを得られます。サンプルの使用法や事前処理によっては、こちらの方が一定温度におけるRHの変化よりもアプリケーションを適切に模倣できる場合があります。温度依存の吸着データにより、サンプルと吸着水との間の結合強度に関するデータが得られます。

ただし、RHまたはTが連続的に変化すると、サンプル重量も変化します。サンプルの水分吸着速度が十分に速い場合、得られる重量変化量は、リアルタイムで測定された準平衡吸着量と等しくなります。RHまたは温度(T)を連続的に変化させる手法は、サンプルの吸着速度が十分に速い場合、段階的手順よりも比較的短い時間でデータを取得できます。

吸着分析-等温線と等湿線プロット

温度(T)と湿度(RH)を制御しながら、サンプルの重量を記録します。以下の例では、TまたはRHの段階的な変化により、サンプルの重量が変化しています。マイクロ天びんはサンプルの重量を連続的に記録します。

(Step) Change in RH or T → Causes → Sample Weight Change

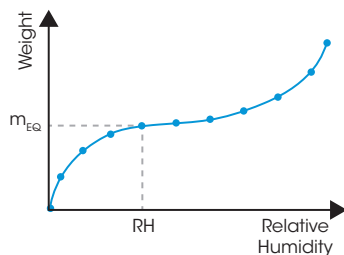


記録された経時的な重量変化速度は、水分吸着速度に紐づけることができます。これは、どれほど速く水分がサンプルに吸着、吸収またはサンプルから放出(脱着)されるかを示しています。これは、サンプルの特徴的な物性です。TRIOSiにより重量変化を指数モデルにフィッティングすることで、吸着速度の時定数 k を算出できます。サンプル重量が一定値(m_{EQ})に近づくと、吸着平衡に達します。

その時のパラメーター(RH、T、 m_{EQ})が、吸着等温線または等湿線におけるプロットの一つとなります。以下に示すように、いくつかのRHまたはTにおける測定データの使用により完全な吸着等温線または等湿線を作成できます。

等温線プロット(T = 定数)

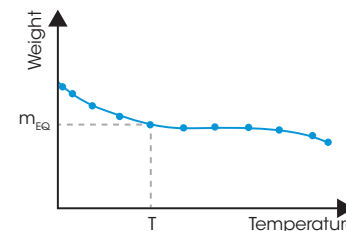
等温線プロットは、水の吸着に対するRHの影響を示しています。等温線は、サンプルの物理的特性と吸着タイプを評価するのに非常に適したツールです。



吸着等湿線プロット

(RH = 定数)

吸着等湿線プロットは、水の収着に対するTの影響を示しています。これらは、サンプルと水分子の間の化学的相互作用を評価するのに非常に適したツールです。



アプリケーション | 医薬品

一般的に医薬品には水や湿気が含まれています。原薬による水分吸着は固有の特性です。原材料や医薬品は、処理中および保管中に水蒸気にさらされています。医薬品の有効性と忍容性は、医薬品有効成分と賦形剤に対する水分の影響によって大幅に変化する可能性があります。そのため、水分の取り込み能力を正確に知る必要があります。湿気によって引き起こされる変化から物質を保護する唯一の方法は、湿度との接触を変化が起こらないレベルまで制限することです。

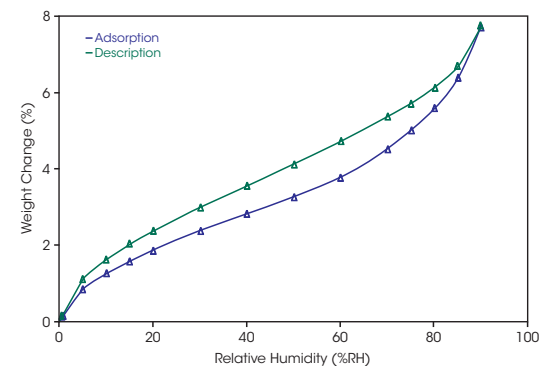


米国薬局方条約(USP)の一般章<1241>は、水と固体の相互作用を吸着として説明しています。水分の吸着は、医薬品の結晶化度、透過性、融点に影響を与えます。特にアモルファス材料の場合、水の存在はガラス転移温度などのバルク特性を大幅に変える可能性があり、結晶形へ転移を引き起こすこともあります。また、水は加水分解を促進し、薬物の分解を誘発します。不純物としては扱われませんが、原薬中の水分は可能な限り厳重に監視・管理する必要があります。

吸湿性の評価

水蒸気を吸収する材料の能力は、吸湿性と呼ばれています。この材料特性は、一定温度で湿度を変化させた際のサンプル重量変化により評価できます。また、これらのデータは水分が医薬品材料の特性に及ぼす潜在的な影響を評価することができるため開発中の薬剤の選択基準としても利用できます。次の表は、ヨーロッパ薬局方より考案された医薬品の吸湿性を分類したものです。

水分吸収データは、医薬品開発においてより水分吸収量の少ない候補物質を選定する、初期スクリーニング工程で頻繁に使用されます。右の図では、25°Cにおけるイブプロフェンへの水分吸着量が相対湿度の関数として示されています。分類表より、イブプロフェンには適度な吸湿性があることがわかります。

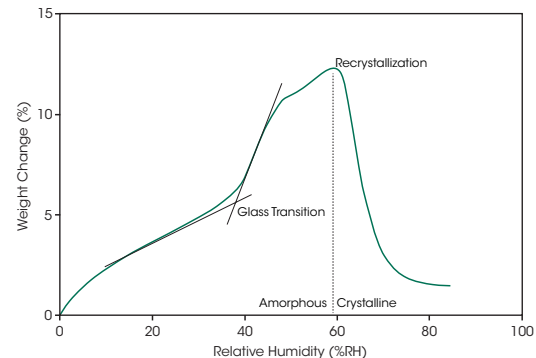


吸湿性クラス	25 °C, 80 %における水分吸着 wt %
非吸湿性	0 - 0.12
わずかな吸湿性	0.2 - 2.0
適度な吸湿性	2.0 - 15.0
非常に高い吸湿性	> 15.0

アモルファスの評価-結晶相変化

水蒸気吸着の程度は、材料の構造によって異なります。同じ材料でも結晶状態とアモルファス状態の場合では、通常アモルファス状態の方がより多くの水分を吸収します。アモルファス材料の吸水はガラス転移温度を大幅に低下させ、再結晶化が起こる可能性があります。

一定温度でRHを連続的に変化させる測定は、水蒸気吸着によって誘発される相転移を特定するのに役立ちます。材料の非線形な吸湿挙動は、ガラス転移を示しています。再結晶化は、RHの増加に伴って水の脱着を引き起こします。右の図では、25°Cで連続的にRHを変化させた際の アモルファス状態ラクトースサンプルの重量変化がプロットされています。

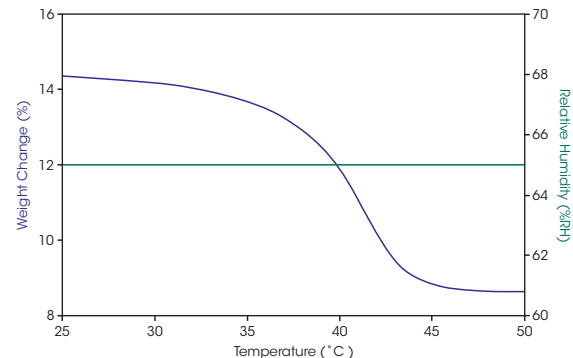
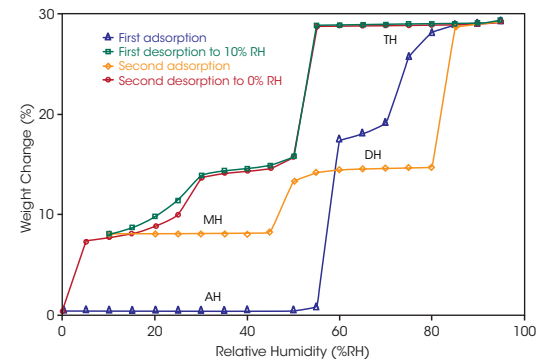


水和物形成の評価

すべての活性医薬品(API)の内、約3分の1が水和物を形成します。空気中の水分による自発的な水和は、薬物の製造から貯蔵までどの段階でも発生し、水和物の形成につながります。水和状態は、物理的および化学的安定性など様々な材料特性を変化させます。水和物は、脱水時にアモルファスになる可能性があります。材料の溶解性および生体内活性に影響を与えます。そのため、前製剤から製造プロセス、パッケージング、保管までのワークフロー全体を通じて、添加剤とAPIの特性を正しく評価、管理する必要があります。水蒸気吸着測定は、温度と相対湿度の関数として水和物形成を検出し、サンプルの特性評価するための理想的な手法です。

Discovery SAを用いて、25°C一定でRHを変化させた際の無水(AH: Anhydrous)ナトリウムナプロキセンの水蒸気吸脱着挙動を評価しました。上の図にプロットされたサンプルの段階的な重量変化挙動は、一水和物(MH)、二水和物(DH)および四水和物(TH)の形成を示しています。

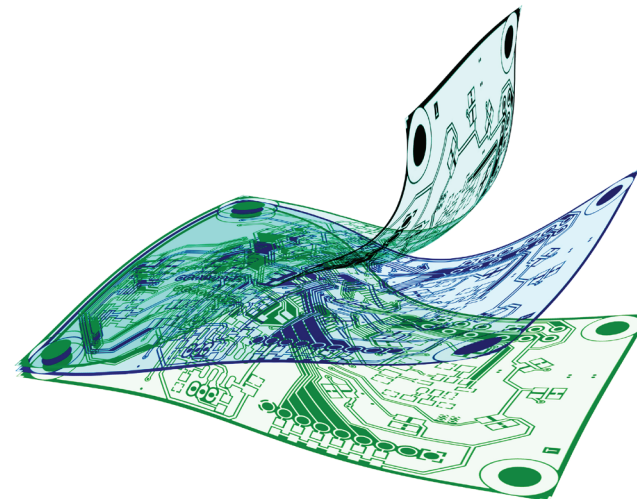
下の図には、65%RH一定で25°Cから50°Cまで昇温した際の等温測定を行った結果を示しています。25°Cで、サンプルが二水和状態にあることがわかります。その後、温度上昇に伴う脱水によってサンプルが一水和物になり、45°Cで平衡に到達することがわかります。



アプリケーション | ポリマー

ポリマー材料は、消費者向け製品の製造や包装材料として広く使用されています。多くのポリマーは、高湿度環境下において自然に水を吸収する挙動を示します。吸収された水は可塑剤として作用し、ガラス転移温度や機械的強度を低下させる恐れがあることが知られています。一方で、吸収された水がポリマー構造の不可逆的な変化を引き起こす可能性もあります。

重量分析による水蒸気吸着測定は、ポリマーと水の相互作用を評価するASTM、ISOおよびその他の技術標準で提案されている手法です。Discovery SAは、精密に制御された湿度環境下に曝されたポリマー材料の重量増加を吸水量として測定し、材料の吸湿安定性を評価できます。水の吸着および脱着挙動はポリマー材料の水透過性として特徴付けることができ、連続的な重量変化データから評価することが可能です。

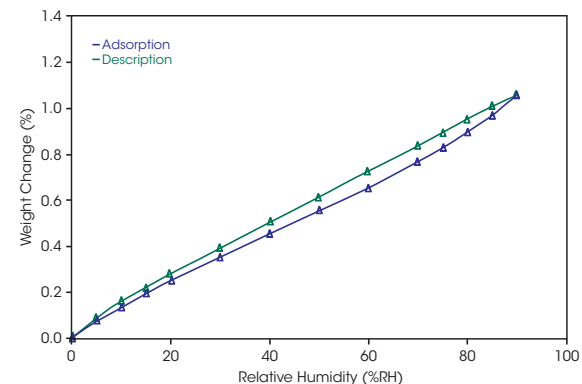


電子デバイス用ポリマーの耐加水分解性

電子デバイスの製造における重要な課題の一つに、吸水に関連するトラブルへの対策があります。より高機能かつ小型なデバイスの製造にはポリマーベースの材料が不可欠です。これらのポリマー材料が高湿度環境に曝された時に、材料特性が変わらず保持される必要があります。

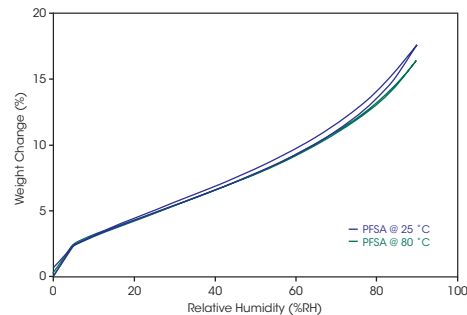
カプトンは、乾燥状態であれば広い温度範囲において安定しているポリアミドポリマーです。静電気に敏感で壊れやすい部品の絶縁および保護層として、フレキシブルエレクトロニクスのプリント回路に使用されています。これはカプトンの耐加水分解性が非常に高く、他のポリアミド材料と比較して電気的、化学的、機械的特性が優れているためです。

右の図には、25°Cで測定したカプトンテープの水蒸気吸脱着挙動を示しています。予想通り、水蒸気の吸着量は他のポリアミドポリマーと比較して小さいことが分かります。



燃料電池膜の水分吸着挙動評価

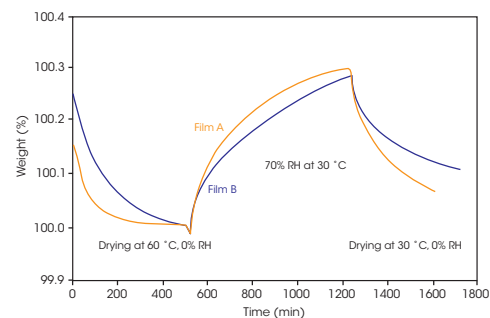
水の電気化学的な変換効率、新たなプロトン交換膜材料(PEM)の開発により向上しました。燃料電池による水素と酸素の水への変換効率は、PEMの性能に依存しています。電解槽における水から水素と酸素への変換についても同じことが言えます。どちらの場合も、PEMは燃料電池の心臓部を担っており、PEMの劣化メカニズムを理解することで、より信頼性が高く効果的な燃料電池と電解槽を開発することができます。右図は、ペルフルオロスルホン酸膜の水分吸脱着挙動を25°Cと80°Cで比較した結果です。水の吸着量はほとんど変化しませんが、吸着と脱着の間のヒステリシスは高温で消失することが分かります。これは高温下において膜材料からの反応生成物の除去効率が改善されたことで、水分吸着の可逆性が高くなったことを示しています。



包装用ポリマーフィルムの水分透過

包装用ポリマーフィルムを水が透過する際の最初のステップは、外部環境からの水分の吸収です。水分吸収能力が低い、水分吸脱着速度が遅いことは、水の透過性が低いことを示しています。水分吸脱着挙動の評価は、医薬品やその他の湿度に敏感な製品の包装に使用されるポリマーフィルムを比較する非常に有用な手法です。

右図は、温度と相対湿度のサイクル試験によって、2つの異なる包装用ポリマーフィルムの水分吸収速度を比較した結果です。フィルムAでは、他のフィルムよりも速く水分の吸脱着が起こっています。より水分吸収量が多く、吸着速度が速いフィルムAはフィルムBよりも湿気に敏感な材料の包装に適していないことを示唆しています。



天然高分子の吸湿性評価

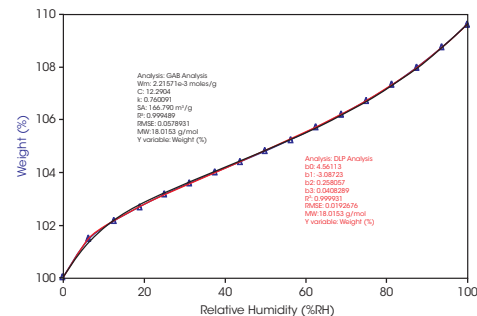
微結晶性セルロース(MCC)は天然に存在する高分子材料の一つです。MCCは、製薬、食品、化粧品、その他の業界で添加物として使用されています。MCCの他の特性の中でも、吸湿能力と含水率に着目し、これら特性の測定と活用方法について評価しました。右図では、MCCの吸湿等温線データをGABモデルおよびDLPモデルとともに示しています。DLPモデルのパラメータには物理的な意味はありませんが、単分子層の吸着量を特徴付けるGABパラメータ: $W_m = 2.2 \times 10^{-3}$ mol/gにより、材料の比表面積を算出することができます。

$$SA = W_m \times N \times A_w$$

$$N = 6.0221 \times 10^{23} \text{ molecules/mol}$$

$$A_w = 12.5 \times 10^{-20} \text{ m}^2 / \text{molecules}$$

$$S_{A, MCC} = 166 \text{ m}^2/\text{g}$$



アプリケーション | 食品

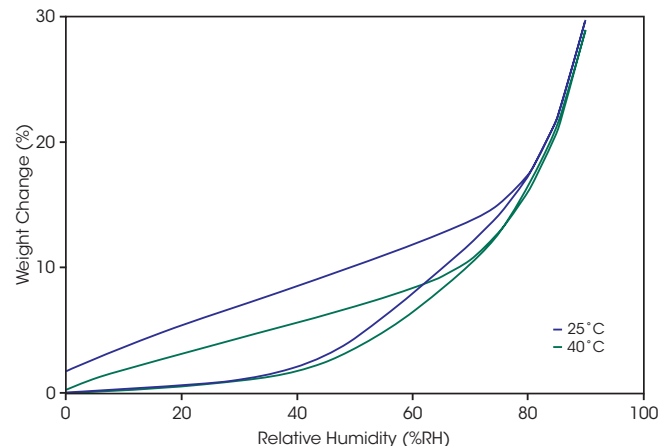
水分含有量は、食品業界において重要なパラメータのひとつです。製品に含まれる水分量は、製品の質感、貯蔵寿命、加工のしやすさ、製造コストに影響します。食品の水分含有量が増えると、サクサクした食品が柔らかくなり、生パスタがべたつき、管理が難しくなる可能性があります。一方、製品の水分が不足して乾燥しすぎると製品がもろくなったり、岩のように固くなったりする可能性があります。さらに、微生物の活動も、食品中の水分量の影響を受けます。水分が豊富な食品は、微生物による攻撃、腐敗、損傷を受けやすくなります。そのため、食品素材の貯蔵寿命は、食品の水分含有量に依存します。

そこで食品の水分吸収挙動を評価して最適なレシピ、加工方法、保管条件を開発することで、食品の大气からの水分吸収量を制御することができます。水分吸収量が制御された食品では本来の味と食感を、より長い期間保持することができ、消費者がより満足する製品を届けることができます。



棚での保管寿命と安定性の評価

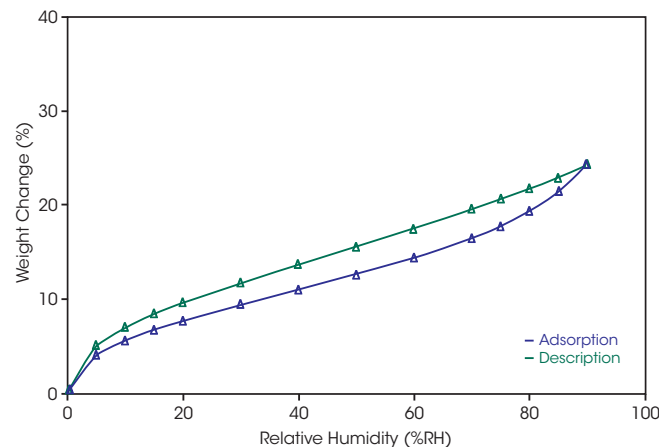
パリパリ感は、コーンフレークの最も重要な官能的性質のひとつです。そのためパックを開けた後も、コーンフレークをそのままの状態で保存する必要があります。これには、低湿度環境下におけるコーンフレークの吸湿性を低くすることが重要です。一方で高湿度環境下、つまり食べる前にフレークがミルクに浸る際には、水分吸着量は増加しなければなりません。右図では、25°Cと40°Cにおけるコーンフレークの水蒸気吸脱着挙動を比較しています。吸着等温線は、どちらの温度でも40%RHまでは低吸湿で理想的なタイプIII型形状を示します。これは測定した温度範囲では、温度変化がコーンフレークの貯蔵安定性に大きな影響を与えないことを示しています。



コーンスターチの吸湿性評価

デンプンは穀物の最も重要な生体高分子成分の1つであり、吸湿性を決める重要な材料です。またデンプンは多くの食品に使用されており、その保存性能は食品の吸湿特性によって決まります。さらにデンプンは、その多様な特性により、包装材料、バイオテクノロジー、香料、繊維、医薬品の製造にも使用されています。

右図は、25°Cで測定したコーンスターチの水蒸気の吸脱着をRHの関数としてプロットしたグラフです。連続的に進行するタイプII型の吸着等温線と比較的小さなヒステリシスがコーンスターチに特徴的な水分吸脱着挙動です。



アプリケーション | 建設資材と吸着剤

建築材料の吸湿特性は、耐久性の向上、低エネルギー建築構造の設計、高効率な混練に不可欠です。

また、湿度や湿気は建物自体の機能に強く影響を及ぼすため、吸湿特性が制御された材料を使用することは、最終的に居住者の快適性に繋がります。特に、建築材料の場合、吸湿は石、セメント、木材、断熱材に大きな影響を及ぼすことが知られています。湿気によるダメージは、建物の寿命を縮める重要な要因です。また、建物外部からの湿気の侵入は、室内の空気の質と空調への負荷に大きな影響を与える可能性があります。

水分吸着等温線は、建物と室内空気の間にある材料の吸湿性と水分透過性の分析に必要なパラメータのひとつです。

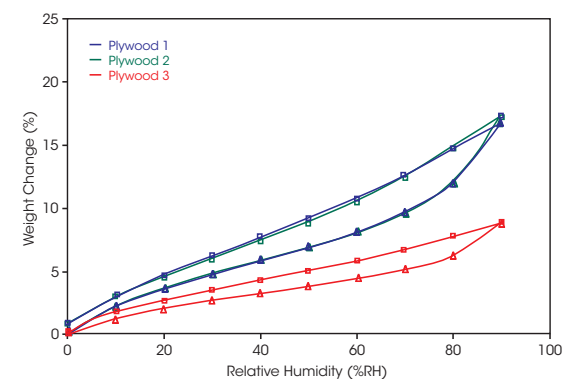


木材の水分吸着挙動評価

木材は重要な天然資源であり、建物の材料や工事現場でも使用される汎用的な材料です。その材料特性は含水量によって大きく異なり、自然減衰の影響を受けます。したがって、湿度の関数として木材の吸水率を理解する必要があります。

木材の表面を密閉し、湿気を吸収しないように処理して水の透過を防ぐことで、木材を保護できます。また水分吸着挙動を評価することで、自然減衰に対する木材の応答性や建材としての適合性を評価することが可能です。

右図では、密度の異なる3つの合板サンプルにおける水分吸脱着挙動を比較しています。



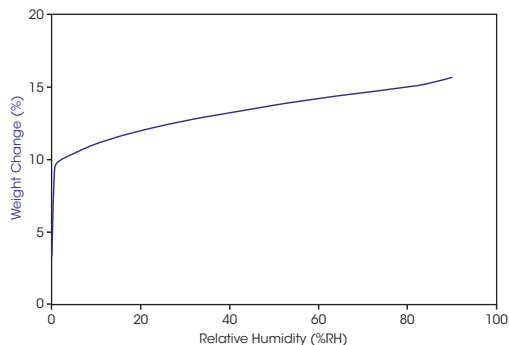


耐水性吸着材料の開発は、コストとエネルギー効率の高いガス精製およびガス貯蔵プロセスに不可欠です。材料の水分吸着等温線の評価は、これらの特性を改善するのに重要な情報となります。吸着剤は、混合物の精製と分離、乾燥、触媒作用、汚染防止など、幅広い産業分野、環境用途で使用されています。ほとんどの材料は、比表面積の大きい多孔質の構造を有しています。また多くの分離アプリケーションでは、乾燥を目的とする場合を除いて、水は吸着されるべき汚染物質に該当しませんが、吸着した水は汚染物質の吸着能力を抑制し、材料の吸着効率を低下させてしまいます。多孔性が非常に高くガスの貯蔵と精製に優れている、新規の有機金属ネットワーク(MOF)など一部の吸着剤は、水の存在下では安定しません。

親水性吸着剤への水の吸着

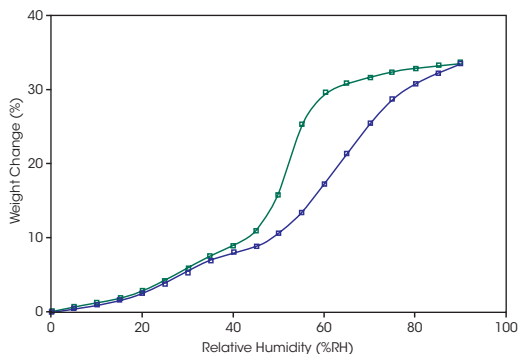
ゼオライトは、ハニカムフレームワークを有する多孔質なアルミノケイ酸塩鉱物の一つであり、負に帯電した無数の穴により分子を吸着することができます。ゼオライトは天然にも存在していますが、工業的にも大規模に生産されています。A型ゼオライトは、天然ガスの乾燥や脱硫、窒素と酸素の分離の際に、工業的に使用されています。

ゼオライトはその極性のため、低湿度環境下においても水を吸着することが知られています。この挙動は左図に示す通り、典型的な急勾配のタイプII型等温線として観察することができます。Discovery SAはRHを精密に制御できるため、等温線の急激な増加挙動も正確に分析することが可能です。



疎水性吸着剤への水の吸着

活性炭は、ガス、水性、油性の物質から汚染物質を除去するために最も広く使用されている工業用吸着剤です。その特徴として製造が安価であり、独特の強力な吸着特性を持っている点が挙げられます。活性炭は初期材料と活性化プロセスを変えることで様々な細孔構造を生成できるため、幅広い技術に応用されています。また活性炭の非極性界面は、水と弱い相互作用でつながっています。左図に示す通り、活性炭はタイプIII型等温線を示し、低湿度環境下における水分吸着量が少なくなります。一方で、高湿度環境下では細孔で水の凝集が起こり水分吸収量が大きく増加しています。等温線の吸着挙動と脱着挙動の間には、活性炭の細孔径分布に特徴的なヒステリシスが形成されています。

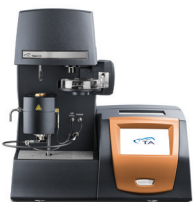


テクノロジー | 仕様

ダイナミック重量レンジ	—	1000 mg
重量分解能	—	0.01 µg
ベースラインドリフト (標準偏差)	25° C等温, 20 % RHにおいて24時間	<±0.25 µg
	RH一定速度変化 5 ~ 85 % RH, 25 ° C	<±1 µg
	T一定温度変化 25 ~ 85° C, 20% RH	<±1 µg
サンプル温度	—	5 ~ 85 °C
湿度コントロール範囲	—	0 ~ 98% RH
湿度正確度	—	±1% RH
水分補充ポンプ	—	標準装備
オートサンプラー	10 ポジション	標準装備
	25 ポジション	オプション: プラチナまたは密閉型アルミニウムハブに使用
サンプルパン	石英あるいはメタルコーティング石英 180 µl	
	プラチナ 100 µl	
	密閉型アルミニウム 20 µl	

TA INSTRUMENTS | COMPLEMENTARY ANALYTICAL INSTRUMENTS

TAインストルメントは、熱分析とレオロジーのマーケットリーダーであり、お客様のニーズにお応えできるよう、様々な装置を取り揃えております。以下の装置は、Discovery SAIに關係する、熱分析、熱重量分析、湿度制御環境下での測定ができる装置です。



Discovery TGA – 熱重量分析装置

Discovery TGAは、最高1200 °Cの温度領域でより正確なサンプル重量データをご提供します。この装置はサンプルの反応と熱分解を分析するのに理想的なツールです。広い温度範囲、雰囲気制御能、発生ガス分析ツールが、より詳細な材料物性の評価を可能にします。

Discovery DSC – 示差走査熱量計

Discovery DSCは、熱的転移、化学反応、酸化/分解安定性を評価する業界で最も高感度な示差走査熱量計です。-180 ~725 °Cまでの幅広い温度範囲で測定できます。



TAM – 等温熱量測定装置

TAMは、あらゆる材料の発熱/吸熱挙動を高感度で測定することができる等温熱量測定装置です。主な用途には、医薬品材料の安定性と適合性、湿度と温度の関数としてサンプルのアモルファス性や多形性の測定があります。

DMA-RH – 動的粘弾性分析装置

Discovery DMAは、広い温度範囲において再現性のある機械的特性の測定が可能です。Discovery DMAの優れた環境制御システムにより、任意の温度、湿度条件下におけるサンプルの機械的材料特性を正確に測定できます。



IsoSORP SA-磁気浮上型高圧蒸気吸脱着熱重量分析装置

IsoSORP SAは、高圧や腐食性ガスなどの極端な測定環境条件にも対応することができる高圧熱重量分析装置です。TA独自の技術である磁気浮上型天秤による真空から800 barもの広い圧力範囲とガスと蒸気の吸脱着測定機能が特徴であり、実際の製造プロセス条件をラボスケールで検証可能である理想的なツールです。



AMERICAS

New Castle, DE USA
Lindon, UT USA
Eden Prairie, MN USA
Chicago, IL USA
Costa Mesa, CA USA
Montreal, Canada
Toronto, Canada
Mexico City, Mexico
São Paulo, Brazil

EUROPE

Hüllhorst, Germany
Eschborn, Germany
Elstree, United Kingdom
Brussels, Belgium
Etten-Leur, Netherlands
Paris, France
Barcelona, Spain
Milano, Italy
Warsaw, Poland
Prague, Czech Republic
Solna, Sweden
Copenhagen, Denmark

ASIA & AUSTRALIA

Shanghai, China
Beijing, China
Tokyo, Japan
Seoul, South Korea
Taipei, Taiwan
Guangzhou, China
Petaling Jaya, Malaysia
Singapore
Bangalore, India
Sydney, Australia



ティー・エイ・インストゥルメント・ジャパン株式会社

本社 〒141-0031 東京都品川区西五反田5-2-4レキシントン・プラザ西五反田6F
TEL(03)5759-8500 FAX(03)5759-8508

大阪営業所 〒532-0011 大阪市淀川区西中島5-14-10新大阪トヨタビル10F
TEL(06)6303-6550 FAX(06)6303-6540

www.tainstruments.com

*製品の仕様は予告なく変更される場合があります。ご了承ください。

