

● USP 準拠 DSC によるプラスチック包装材料の熱分析

TN481

Thermal Analysis for Plastic Materials by DSC in Accordance with USP

[概要]

熱分析は、物質の温度を一定のプログラムに従い加熱または冷却しながら、その物質に生じる変化を温度の関数として測定する技法で、そのひとつに示差走査熱量計（Differential Scanning Calorimeter: DSC）測定があります。

DSC による熱物性測定は、溶融のような単純な熱による状態変化だけでなく、構造の相転移、結晶化などを把握することを可能とし、高分子材料、有機材料、金属、セラミックなどの物性評価に広く応用されています。また、米国薬局方 USP40<661.1> PLASTIC MATERIALS OF CONSTRUCTION においても採用されており、医薬品に用いるプラスチック製容器及び包装材料等について、DSC 測定による品質評価が求められています。

当社では、現在主流となっている熱流束 DSC を所有しており、医薬品及び包装材料等の DSC 測定サービスを実施しております。以下、当社で USP40<661.1> に従って実施したポリエチレンの測定例を紹介します。

[事例 1] USP 標準品を用いた繰り返し 3 回測定の再現性

試料：低密度及び高密度ポリエチレン USP REFERENCE STANDARD

試料調製：試料 約 12 mg を試料容器に精密に量り取り、ピンホールをあけた容器カバーをして、サンプルシーラーで軽くクリンプした。

DSC 装置：日立ハイテクサイエンス DSC6220ASD-2

測定：Table 1 の測定条件に従い、DSC 測定を行った。

結果：相対標準偏差が 0.1~0.7% と再現性の高いデータが得られた (Table 2, Table 3)。

Table 1 DSC determination conditions for polyethylene

Method parameter	Description			
Sample container	Aluminum pan			
Temperature program		Start (°C)	Limit (°C)	Rate (°C/min)
	1	40	200	10
	2	200	40	10
Atmosphere	Dry nitrogen (Flow rate: 50 mL/min)			
Reference	Empty container			

Table 2 Precision of DSC determination of low-density polyethylene

Low-density polyethylene	Repeat No.			Mean	Relative standard deviation (%)
	1	2	3		
Temperature of endothermic peak (°C)	110.3	110.5	110.5	110.4	0.1
Temperature of exothermic peak (°C)	93.8	94.0	93.9	93.9	0.1

Table 3 Precision of DSC determination of high-density polyethylene

High-density polyethylene	Repeat No.			Mean	Relative standard deviation (%)
	1	2	3		
Temperature of endothermic peak (°C)	136.2	135.6	136.4	136.1	0.3
Temperature of exothermic peak (°C)	115.6	116.6	114.9	115.7	0.7

[事例 2] 低密度ポリエチレンの DSC 測定および適合性判定

測定方法：事例 1 と同様

試料： USP 規格適合市販ポリ袋

標準品： 低密度ポリエチレン USP REFERENCE STANDARD

規格： 試料と標準品の吸発熱温度の差が 8.0°C未満であり、近似したサーモグラム（DSC 曲線）である。

判定： 試料とした市販ポリ袋は USP 規格に適合することが確認された（Table 4, Fig. 1）。

Table 4 Result of DSC measurement of commercial low-density polyethylene

Item	Reference standard	Commercial Sample	Difference from reference standard
Temperature of endothermic peak (°C)	110.8	112.8	2.0
Temperature of exothermic peak (°C)	93.7	97.9	4.2
DSC profile	Fig.1 (a)	Fig1 (b)	Similar

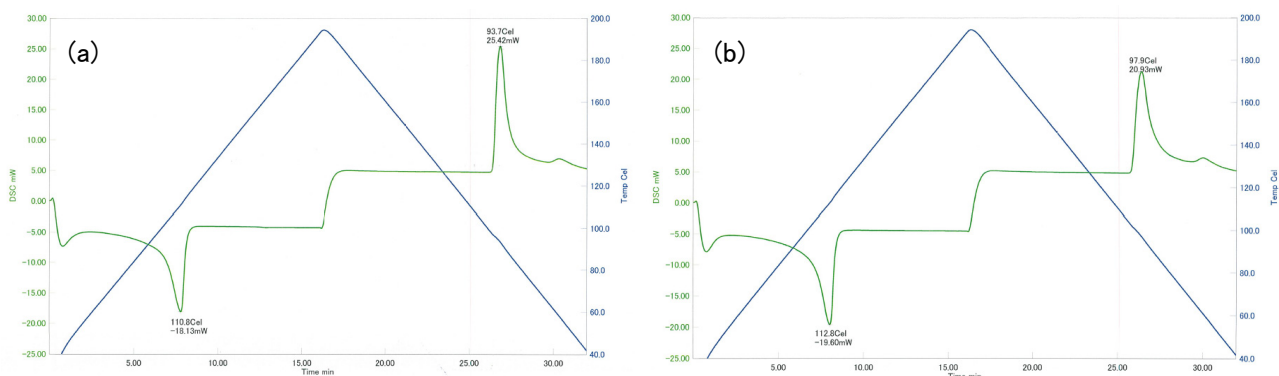


Fig.1 DSC profile of low-density polyethylene: (a) reference standard, (b) commercial sample

[サービス]

当社では、研究開発から試験検査まで、あらゆる目的に合わせた DSC 測定を cGMP 体制で実施しております。

[キーワード]

海外申請、三局対応、polyethylene、polypropylene、cyclic olefins、polyethylene terephthalate、polyethylene terephthalate G、plasticized polyvinyl chloride