XIII.熱分析法

問1 熱分析法に関する記述のうち、誤っているのはどれか。1つ選べ。

- 1 熱重量測定 (TG) では、温度に対する試料の重量変化を測定する。
- 2 TG は、医薬品中の付着水や結晶水の定量に用いることができる。
- 3 示差走査熱量測定法 (DSC) では、試料と基準物質を加熱あるいは冷却したときに生じる両者間の温度差 (吸熱または発熱) を測定する。
- 4 DTA は、医薬品の純度測定や結晶多形の確認に利用される。

問2 下図は、融点を有する化合物の水和物結晶について、TG (熱質量測定法) 及び DSC (示差走査熱量測定法) による熱分析の結果を示している。これに関する記述のうち、誤っているのはどれか。2つ選べ。

- 1 温度 a は、化合物水和物の融解温度を示している。
- 2 温度 b に対応する DSC ピーク面積は、化合物の蒸発エンタルピーを示している。
- 3 温度 c は、化合物の分解し始める温度を示している。
- 4 熱分析法は、化合物の結晶多形と溶媒和結晶の区別に有効である。
- 5 熱分析法では、通例基準物質として熱分析用 α -アルミナが用いられるが、これは通常の測定温度範囲内で熱変化しないことによる。

問3 図は薬物 A の水和物について昇温過程で熱重量測定 (TG) 及び示差走査熱量測定 (DSC) を行った結果である。薬物 A に関する記述のうち、最も適切なのはどれか。1つ選べ。ただし、薬物 A には水和物、無水物ともに結晶多形は存在しない。(105 回問 180)

- 1 温度Aでみられる DSC 曲線の吸熱ピークは、薬物 A の水和物からの結晶水の脱離に基づいている。
- 2 温度Aの付近において、薬物 A は融解する。
- 3 温度Iの付近において、薬物 A の水和物からの結晶水の脱離が起きる。
- 4 温度Iの付近において、薬物 A は結晶化する。
- 5 温度Uを超えて観測される質量変化は、薬物 A の気化に基づいている。