

|                  |   |
|------------------|---|
| Title            | 酸化マグネシウム・水酸化アルミニウムゲルの脱水の状態について  |
| Sub Title        |   |
| Author           | 藤江, 忠雄(Fujie, Tadao)<br>福田, 須美( Fukuda, Sumi)   |
| Publisher        | 共立薬科大学  |
| Publication year | 1969  |
| Jtitle           | 共立薬科大学研究年報 (The annual report of the Kyoritsu College of Pharmacy). No.14 (1969. ) ,p.92- 94  |
| JaLC DOI         |   |
| Abstract         |   |
| Notes            | 学会講演要旨  |
| Genre            | Technical Report  |
| URL              | <a href="https://koara.lib.keio.ac.jp/xoonips/modules/xoonips/detail.php?koara_id=AN00062898-00000014-0093">https://koara.lib.keio.ac.jp/xoonips/modules/xoonips/detail.php?koara_id=AN00062898-00000014-0093</a> |

慶應義塾大学学術情報リポジトリ(KOARA)に掲載されているコンテンツの著作権は、それぞれの著作者、学会または出版社/発行者に帰属し、その権利は著作権法によって保護されています。引用にあたっては、著作権法を遵守してご利用ください。

The copyrights of content available on the KeiO Associated Repository of Academic resources (KOARA) belong to the respective authors, academic societies, or publishers/issuers, and these rights are protected by the Japanese Copyright Act. When quoting the content, please follow the Japanese copyright act.

No. 14 (1969)

イ酸塩) とを用いた。これらの試料は相対湿度 75%, 30°C の恒温器中に長時間保存して吸着平衡に達せしめ、柴山科学製作所製の熱天秤を用いて 2°C/min の昇温速度で 500°C まで加熱脱水させ、重量変化曲線および微分減量曲線を求めた。

〔実験結果〕

| 薬 品 名         | 脱 水 率<br>% | 脱水率極大<br>値の温度<br>°C | kcal/mol<br>活 性 化<br>エ ネ ル ギ ー | 反 応 次 数       |              |
|---------------|------------|---------------------|--------------------------------|---------------|--------------|
| 天然ケイ酸アルミニウム   | 17.8       | 80                  | 10.8                           | 1.0           |              |
| 合成ケイ酸アルミニウム   | 25.9       | 90                  | 13.8                           | 2.0           |              |
| 乾燥水酸化アルミニウムゲル | 43.8       | 145                 | 6.5                            |               |              |
| ケイ酸マグネシウム     | 25.5       | 115                 | 7.2                            | 1.2           |              |
| 酸化マグネシウム      | 29.7       | { 4.7<br>25.0       | { 70<br>390                    | { 7.7<br>26.0 | { 0.8<br>1.1 |
| 重質酸化マグネシウム    | 13.3       | { 2.5<br>10.8       | { 80<br>400                    | { 4.7<br>46.0 | { 0.8<br>1.4 |
| カ オ リ ン       | 1.3        | —                   | —                              | —             |              |
| 酸 化 亜 鉛       | 1.1        | —                   | —                              | —             |              |
| ゼ オ ラ イ ト     | 26.5       |                     | 8.8                            |               |              |

実験結果は大部分のものが比較的低温部 (70~120°C) に脱水速度最大値をもつが、酸化マグネシウムおよび重質酸化マグネシウムは 200°C 附近を境にして明瞭な二段階の減量を示し、またカオリンおよび酸化亜鉛は共に 1%前後と云う極めて少ない脱水率しか示さずしかも或る特定の温度附近において脱水速度を増すと云うこともなく減量した。

これをまとめたのが上表である。

〔考 察〕

これらの重量変化曲線 (減量), 微分減量曲線を用いて Freeman, Carroll らの速度論的解析法によって脱水の反応次数および活性化エネルギーなどを求め、脱水速度の極大値を低温域にもつものと高温域にもつものとの相違を比較検討した結果、酸化マグネシウム、重質酸化マグネシウムの一段目の脱水をも含めて低温域に脱水速度の極大値をもつものの脱水は比較的その活性化エネルギーも低く (10kcal/mol 以下) 従って単に附着している水であると考えられる。これに較べて同じく酸化マグネシウム類の二段目の脱水はその脱水速度の極大値を400°C 附近という相当高温域にもち、活性化エネルギーも 25~40 kcal/mol と高いところから前者とは異なった構造水的なものではないかと推論した。

酸化マグネシウム・水酸化アルミニウムゲルの脱水の状態について

藤江忠雄, 福田須美

(第26回日本薬学大会 (1969. 4) にて発表)

〔目 的〕

一般に制酸剤として汎用されている酸化マグネシウムおよび水酸化アルミニウムゲルについて熱分析を行ない、粉体試料の各種保存条件の違いによる水分の吸着状態とこれの脱水の状態を比

較検討した。

〔実験方法〕

試料には薬局方の酸化マグネシウム、重質酸化マグネシウム、乾燥水酸化アルミニウムゲルおよび塩化アルミニウムをアンモニア水で処理し透析によって精製した水酸化アルミニウムゲルを用い、これを 30°C に於いて 5~90% の間で 8 種類の異なった相対湿度 (R. H. 以下同様) 中に長期間保存して吸着平衡に達せしめ、熱天秤を用いて 2°C/min の昇温速度で恒量になるまで (500°C) 加熱しその重量変化より減量率および活性化エネルギーを求めた。

〔実験結果〕

上記 4 種類の試料のうち局方乾燥水酸化アルミニウムの R. H. 60% 以下のものは、一段階 (75~275°C) の緩慢な脱水曲線を示すが R. H. 60% 以上の試料および合成水酸化アルミニウムゲル、酸化マグネシウム、重質酸化マグネシウムのすべての条件の試料は二段階の脱水を行ない且若干の例外を除いて全減量率は R. H. の小から大に 9~40% まで順序よく減量する。一例として酸化マグネシウムについて次に表示する。

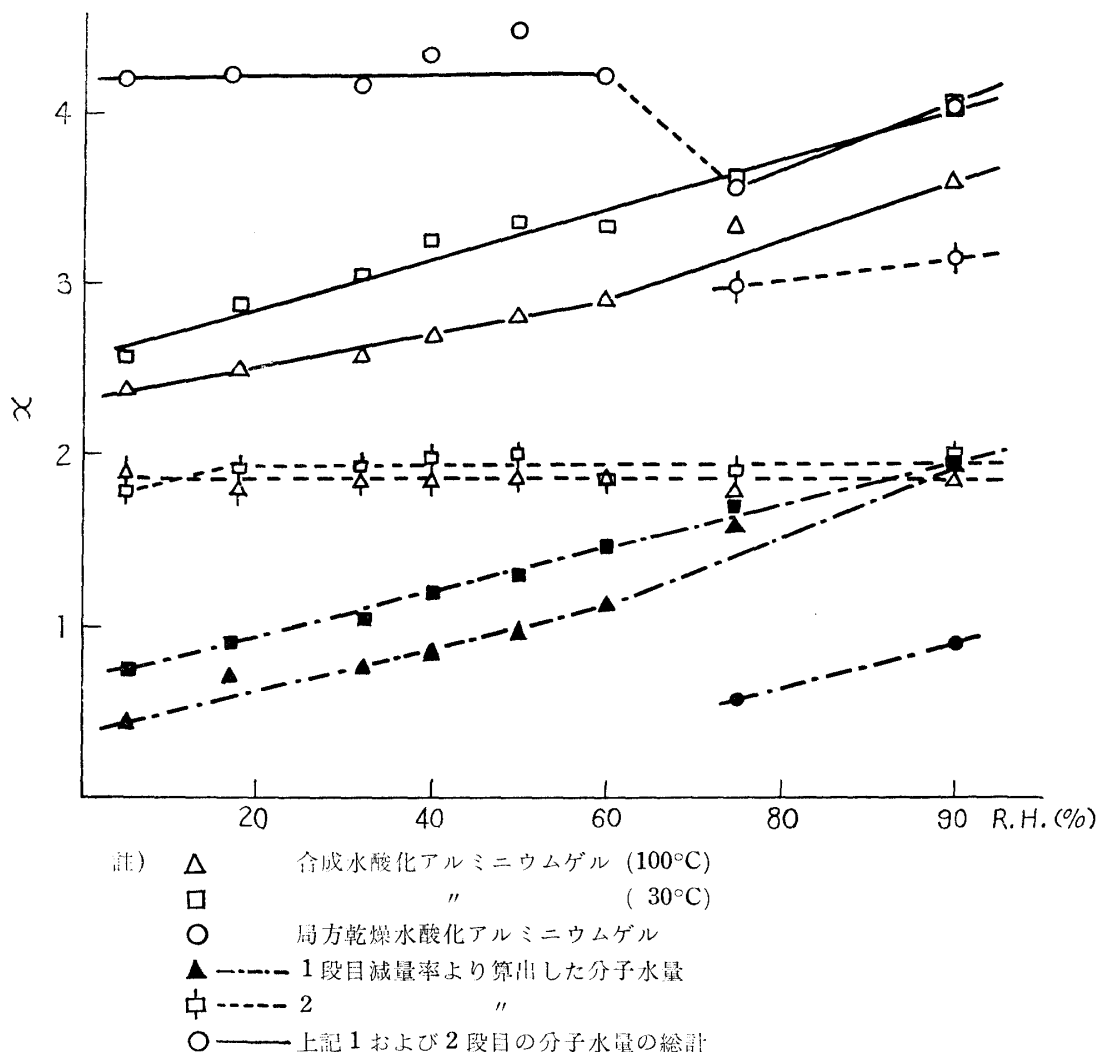
| % R.H. | 総減量 % | 減 量 % |       | E*kcal/mae |       | 脱水率極大値の温度 °C |     | 反 応 次 数 |      | MgO·xH <sub>2</sub> O |      |
|--------|-------|-------|-------|------------|-------|--------------|-----|---------|------|-----------------------|------|
|        |       | 1 段   | 2 段   | 1 段        | 2 段   | 1 段          | 2 段 | 1 段     | 2 段  |                       |      |
| 5      | 12.68 | 3.46  | 9.22  | 7.83       | 16.45 | 125          | 325 | 2.0     | 0.75 | 0.09                  | 0.23 |
| 17     | 13.62 | 3.84  | 9.78  | 5.18       | 14.62 | 115          | 315 | 1.3     | 0.7  | 0.10                  | 0.25 |
| 32     | 13.47 | 4.06  | 9.41  | 7.83       | 16.45 | 125          | 325 | 1.1     | 0.8  | 0.10                  | 0.24 |
| 40     | 14.71 | 4.06  | 10.65 | 7.31       | 14.62 |              | 325 | 2.0     | 1.1  | 0.11                  | 0.28 |
| 50     | 15.20 | 4.32  | 10.88 |            | 23.73 |              | 325 |         | 1.5  | 0.11                  | 0.29 |
| 60     | 17.12 | 5.08  | 12.04 |            | 32.90 |              | 315 |         | 1.5  | 0.14                  | 0.32 |
| 75     | 25.60 | 4.73  | 20.87 | 8.12       | 25.60 | 75           | 375 | 2.2     | 0.7  | 0.14                  | 0.63 |
| 90     | 40.83 | 15.61 | 25.22 |            | 40.21 | 75           | 375 |         | 1.0  | 0.59                  | 0.95 |

水酸化アルミニウムについては局方乾燥水酸化アルミニウムゲル、合成水酸化アルミニウムゲルの乾燥条件 30°C 1 週間および同上乾燥条件 100°C, 24 時間の 3 種について前記各種の定温度条件で長時間保存したものの減量率より算出した分子水の量関係をグラフに示すと次頁の如くである。

〔考 察〕

酸化マグネシウムについて (表参照) は、前報に記載した如く酸化マグネシウムの第 1 段目の減量は附着水によるものと考えられ、これが R. H. 75% 以下では殆んど顕著な変化が認められない (0.09~0.14) のに対し、R. H. 90% に於いては急激に増大している。これは同様に構造水と考えられる 2 段目の分子水  $x$  が R. H. 90% に於いて略 1 に達しこれと同時に 1 段目の附着水が 0.59 と急に増加している点よりみて酸化マグネシウムの場合相対的に含水量が少なく特に 2 段目の構造水が 1 に充たない間は余り R. H. の影響を受けないのではないかと考えられる。

水酸化アルミニウムゲルについて (図参照) は減量率からのみ観察すると一見含水量は R. H. の増加と略同じ割合で増えているようであるが、1 段目の含水量は R. H. の増加に従って 0.5→2.0 に増大しているのに較べて、2 段目のそれは R. H. に関係なく略一定値 1.8→2.0 を示して



いることがわかる、このことはすべての分子水が同程度の結合をしているのではなくその中の2分子だけがより強固に結合していて、これは殆んど R. H. の影響を受けないのではないかと思われる。従ってこの2分子水は構造水的な結合をもつものと推測することができる。

### 螢光光度法によるクロマトグラム上の直接定量 (螢光デンシトメトリー) (II) Riboflavin の定量

西沢秀幸, 菅野敏美, 石原政雄

(日本分析化学会第17年会 (1968.10) にて発表)

螢光定量法は、盲螢光物質が測定を障害し易い為、測定に先立ち単離が行われるが、先に試作したスキャンニング螢光々度計<sup>1)</sup>によりクロマトグラム上で直接定量すれば、操作が簡略化される。これを螢光定量法の代表例である Riboflavin 定量に応用する事を検討した。

1) 石原, 西沢: 日本薬学会第88年会講演要旨集 p. 282 (1968).