



# 粉末X線回折法による ワックスマトリックスの結晶多形相転移反応の解析

岩尾 康範, 木村 晋一郎, 松本 亘平  
静岡県立大学薬学部

キーワード：マイクロクリスタリンワックス, 融解

## 1. 背景と研究目的

マイクロクリスタリンワックス (MCW) は炭化水素の混合物であり, 含有比によって物性が異なるため, 融点, 硬度, 粘度等の違いによりグレードが分けられている。申請者らは, 基剤としてグレードの異なるMCWを用いたワックスマトリックス (WM) 粒子を作製し, MCWの性質が粒子特性に与える影響を明らかにするため研究を行ってきた。本研究の中で, あるグレードのものを使うと, 全く薬物が放出しなくなる現象を見出し, これには, 温度変化に伴ってMCWの結晶化度等に変化が生じていることを考えた。そこで今回, BL5S2における粉末X線回折法によるMCWの結晶多形相転移反応の解析を行い, 特徴的な薬物放出遅延の原因を探ることとした。

## 2. 実験内容

4種のMCW (Hi-Mic-1045, 1070, 1080, 1090) 粒子を噴霧凝固法により調製した。調製した $-106\ \mu\text{m}$ 画分のMCW粒子を, 直径 $0.3\ \text{mm}$ のキャピラリーに封入した。BL5S2のデバイセラーカメラに試料を取り付け, 気流吹きつけ装置で $27^\circ\text{C}$ から最大 $100^\circ\text{C}$ まで $10^\circ\text{C}/\text{min}$ の速度で加熱し,  $2\theta$ が $24^\circ$ までの粉末X線回折データを連続的にPILATUS 100Kで測定した。露光時間は18秒に, 波長は $1.000\ \text{\AA}$ に設定した。

## 3. 結果および考察

Fig.1 (a) に示すように, 各MCWは,  $2\theta = 14^\circ$ の位置に結晶ピークを有していた。そして, この結晶ピークは, 昇温に伴い減少する様子が確認された。ピークの低下は, MCWの融解に起因していると推察された。ここで, 室温 $27^\circ\text{C}$ の結晶ピーク面積を基準として, 各温度における結晶ピーク面積の比を算出し, その結果をシグモイド曲線の式に当てはめ (Fig.1(b)), 各温度点における結晶ピーク面積比を数値化した (Table 1)。 $30^\circ\text{C}$ の時点では, Hi-Mic-1045のみ, ピーク面積の低下が確認されたが,  $37^\circ\text{C}$ ,  $50^\circ\text{C}$ と温度が上昇するにつれて, Hi-Mic-1070, 1080のピーク面積も減少することが明らかとなった。今後, ピーク面積の低下と薬物放出機構の変化の相関について検討を進める予定である。

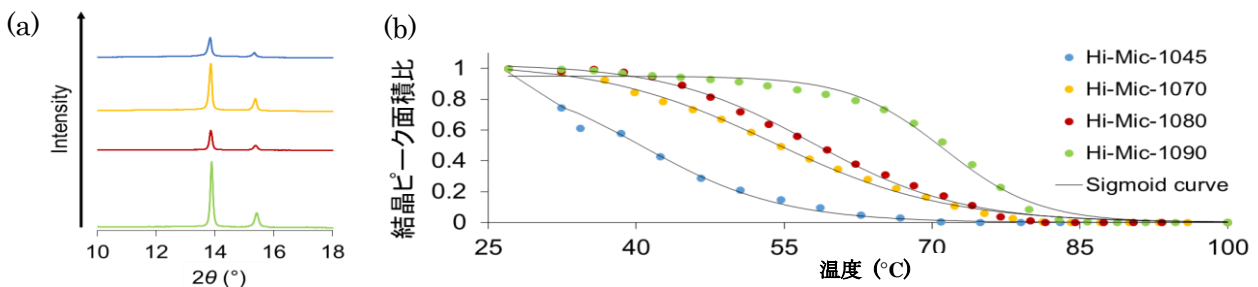


Fig. 1. (a)  $27^\circ\text{C}$ における各MCWの結晶ピーク。(b)  $27^\circ\text{C}$ 結晶ピーク面積に対する各温度における結晶ピーク面積。

Table 1. 各温度における結晶ピーク面積比

MCW	$30^\circ\text{C}$	$37^\circ\text{C}$	$50^\circ\text{C}$
Hi-Mic-1045	0.81	0.62	0.21
Hi-Mic-1070	0.98	0.89	0.63
Hi-Mic-1080	1.01	0.97	0.76
Hi-Mic-1090	0.95	0.95	0.94