

TA no.34 三十二(碳) 烷的晶体多形

1986.10

1. 前言

众所周知, 长链碳氢化合物通过试样的热历史可以生成晶体多形。具有晶体多形性质的有机化合物在医药品中数量甚多, 这已成为决定药物药效的重要因素。

作为DSC 在结晶多形中的应用实例, 本节将介绍对三十二(碳) 烷($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{30}\text{CH}_3$) 施加热历史时的测量实例。

2. 测量

采用市售的三十二(碳) 烷作为试样。测量仪器采用SSC5000 形台式热分析仪以及与之连接的DSC200 高灵敏度差示扫描量热计。

测量条件: 试样用量约0.1mg, 温度60~70℃, 升温速率0.5℃/min

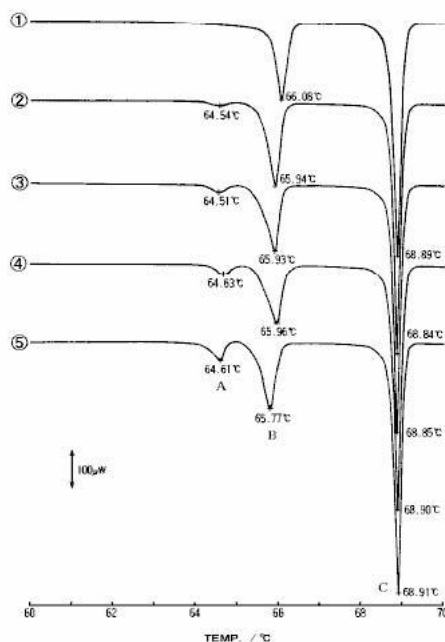


图1 三十二(碳) 烷的DSC 测量结果

1. 1STRUN 2. 冷却速度: 0.05℃/min 3. 冷却速度: 0.5℃/min
4. 冷却速度: 1℃/min 5. 冷却速度: 10℃/min

3. 测量结果

图1 为三十二（碳）烷的DSC 测量结果。①是直接对购买的药剂进行测量的结果。②～⑤分别是将试样升温到完全熔化的温度后以0.05℃/min (②)、0.5℃/min (③)、1℃/min (④) 及10℃/min (⑤) 的降温速率冷却后测得的结果。数据①只有两个峰，而②～⑤中的每一条曲线都有三个峰。这三个峰从低温侧开始依次标识为A, B, C，它们各自的转变热对冷却速率的依存性如图2 所示。

由图2 可知，冷却速率越快，表示A 转变的准稳定态结晶增多，表示B 转变的结晶减少。图3 为把0.5℃/min 降温速率的冷却条件下的A 及B 峰放大后的数据。由该图可知，即使的少量试样，DSC200 也可以准确地检测到峰部

4. 结束语

作为晶体多形的DSC 测量实例，本节主要介绍了研究热历史对三十二（碳）烷的晶体多形的影响。利用DSC 可以准确地检测到晶体多形的差异所产生的细微变化，并能进行热定量分析，因此可以准确地探明结晶多形和热历史的关系。

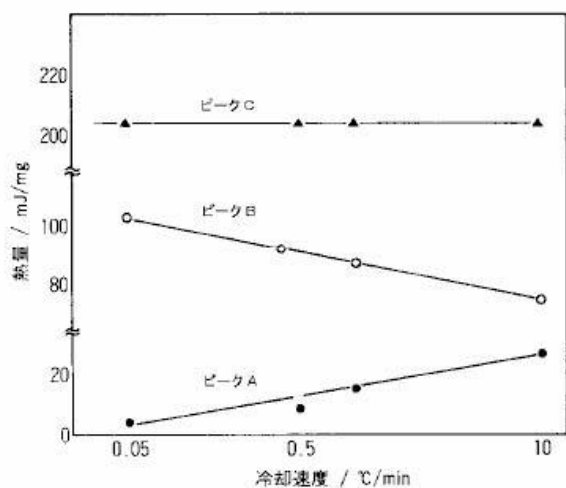


图2 三十二（碳）烷的转变热对冷却速率的依存性

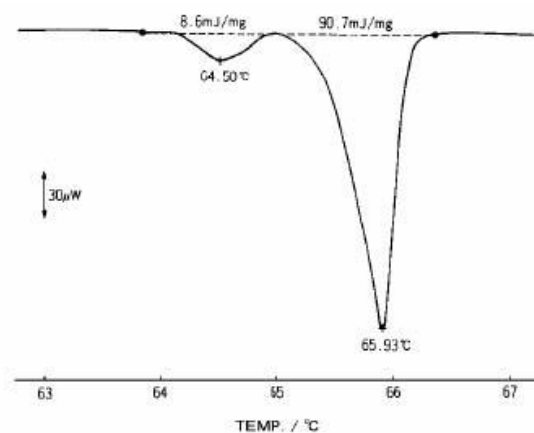


图3 0.5℃/min 冷却条件下对三十二（碳）烷的DSC 测量结果