

退火处理丁基羟基茴香醚多晶型

试样 丁基羟基茴香醚
应用 活性成分(口服抗糖尿病药)
条件 测试仪器: DSC

坩埚: 40 μ l铝坩埚, 密封。

试样制备: 原样品或先经退火。

测试: A)以2.5K/min由30 $^{\circ}$ C升温至70 $^{\circ}$ C

B)由35 $^{\circ}$ C升温至60 $^{\circ}$ C, 在60 $^{\circ}$ C恒温10min, 然后降温至30 $^{\circ}$ C。

第二次升温以2.5K/min由30 $^{\circ}$ C至70 $^{\circ}$ C。

气氛: 氮气, 50 ml /min

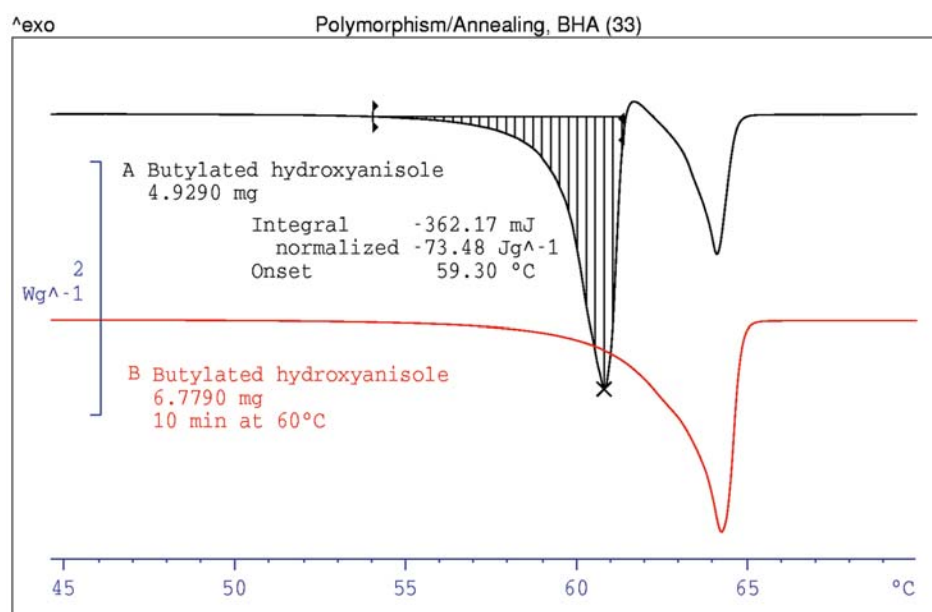


图1 未经(A)和经退火(B)的丁基羟基茴香醚的 DSC 曲线

解释

Interpretation

如图曲线 A 所示, 未处理的试样呈现带有一个结晶峰的两个熔融峰。经退火处理的试样仅呈现一个熔融峰(曲线 B)。可在略高于第一个晶型的熔程起始点的温度退火, 迫使试样结晶为另一种晶型。由“3.3 升温速率对丁基羟基茴香醚多晶型检测的影响”已知, 第一种晶型的熔融热 ΔH 约为 100J/g, 而第二种晶型的熔融热(由本例)仅为 84.5J/g。

单向转变体系第一个峰的熔融热 ΔH 是小于第二个峰的。因而，本例中可能是双向互变体系。要搞清情况，可用热台显微镜在约 60°C 进行测试。双向互变体系在两个吸热相之间是没有液相生成的。如果出现液相，则是单向转变体系，物质(曲线 **B**)不是 100% 结晶的。

计算

Evaluation

测定起始温度和焓变。括弧中表示因熔融与再结晶过程重叠而导致测定不确定的值。
对试样**B**只表示第二次升温。

试样	起始点	ΔH	起始点	ΔH
	$^{\circ}\text{C}$	J/g	$^{\circ}\text{C}$	J/g
A(未处理)	59.3	(73.5)	63.0	(27.0)
B(在 60°C 10 min)	—	—	62.7	84.5

结论

物质的贮存条件或工艺条件不适当，可造成晶型改变，尤其是当转变温度接近贮存或加工温度时。