

胆甾醇的纯度和重结晶

试样 >99%和>95%不同纯度的胆甾醇

条件 测试仪器: DSC

坩埚: 40 μ l铝坩埚, 密封。

试样制备: 用特氟隆棒将试样压入坩埚。通过由甲醇重结晶3次将标称为>95%纯度的试样纯化。

测试: 以2 K/min由120 $^{\circ}$ C升温至170 $^{\circ}$ C

气氛: 空气, 静止环境, 无流动

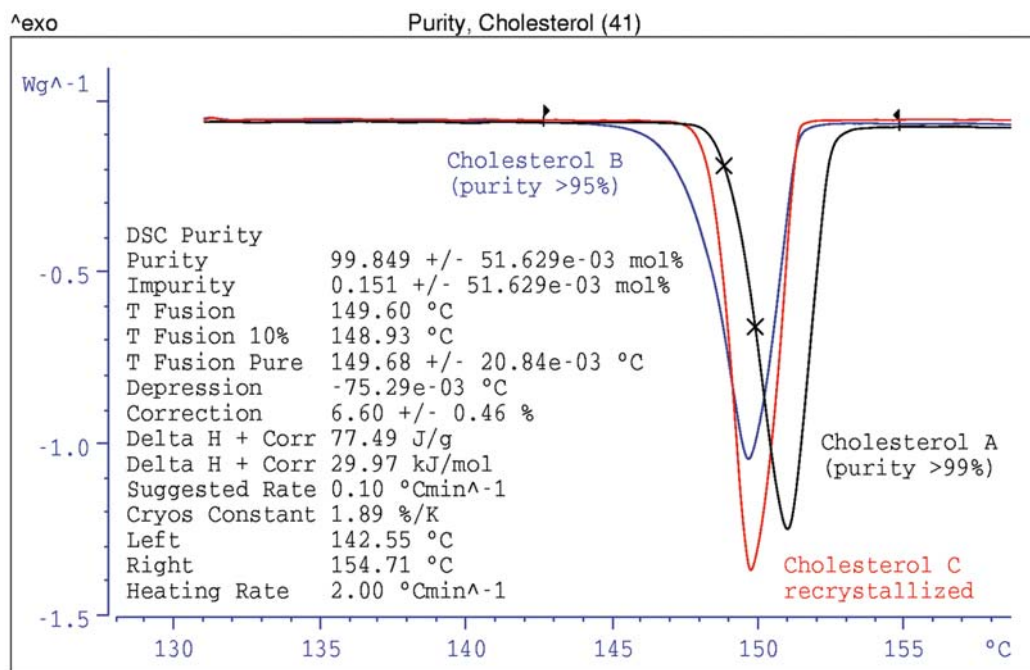


图 2 三个不同胆甾醇试样的 DSC 熔融曲线

解释

图 2 为三个不同胆甾醇试样的 DSC 熔融曲线。用依照 van't Hoff 的纯度测定方程计算纯度。作为例子, 选用试样之一显示其详细计算。

所测定的纯度几乎相同, 好于制造商的指标(>95%的试样也是这样)。就此方法而言, 应该注意, DSC 只能测量共熔杂质, 因而其它杂质是检测不到的。

计算

用“直线”基线在峰高的10%至50%间计算纯度。

试样	纯度 Mol %	起始点 °C	重量 mg
胆甾醇 A(纯度>99%)	99.85	148.8	11.08
胆甾醇 B(纯度>95%)	99.51	147.5	10.80
胆甾醇 C(重结晶试样)	99.87	148.4	5.41

结论

通过重结晶可纯化产品。如果只是涉及共熔杂质，则可用 DSC 纯度测定法定量测定纯度。