

DSC 法测定药品的熔点和纯度

TA-013

摘要：参考 GB/T 28724-2012《固体有机化学品熔点的测定差示扫描量热法》、GB/T 28723-2012《固体有机化学品纯度的测定差示扫描量热法》和 ASTM E 928《Standard Test Method for Purity by Differential Scanning Calorimetry》标准，使用 DSC-60APlus 测定了多种药品标准品的熔点，并通过 Purity Determination 软件计算其纯度。实验结果表明，DSC 方法纯度测定结果与标准值吻合。该方法样品用量少，分析速度快，准确度高，适合药品及标准品纯度分析。

关键词：差示扫描量热仪 DSC 纯度利巴韦林吡嗪灵

药物的纯度指药物的纯净程度，是反映药品质量的一项重要指标。差示扫描量热仪 (DSC) 是目前在医药领域应用最广的热分析仪之一，其最主要的应用之一就是通过对测量药物热焓和温度随程序温控的变化来评估药物纯度。Purity Determination 软件依据 Van't Hoff 方程来计算样品纯度。

本文参考 GB/T 28724-2012《固体有机化学品熔点的测定差示扫描量热法》、GB/T 28723-2012《固体有机化学品纯度的测定差示扫描量热法》和 ASTM E 928《Standard Test Method for Purity by Differential Scanning Calorimetry》方法标准，使用差示扫描量热法测定了多种药品粉末的熔点和纯度。

实验部分

1.1 仪器

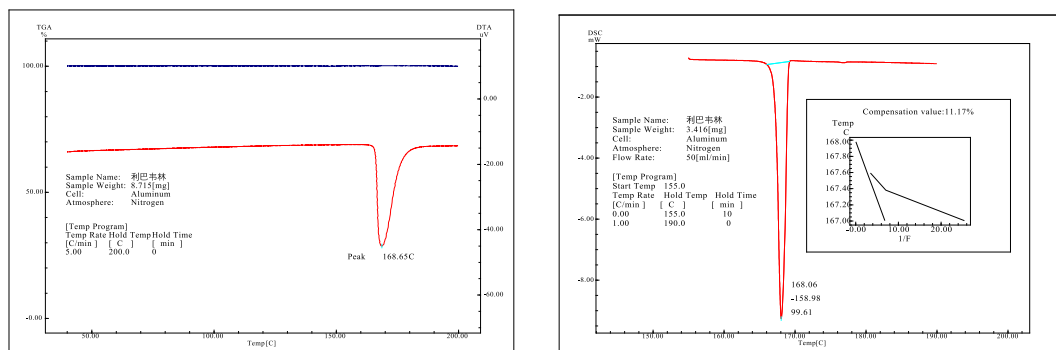
岛津 DSC-60Plus 差示扫描量热仪、铝坩埚、样品密封 / 卷边器；

氛围气及流量：氮气 50 mL/min

称样量：3~5 mg (DSC)

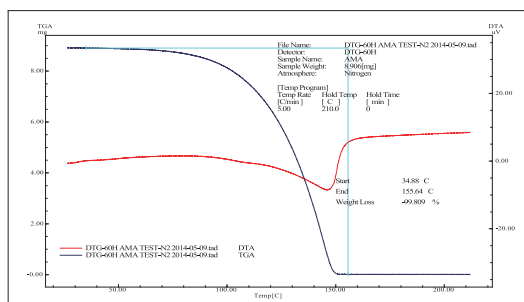
结果与讨论

2.1 利巴韦林



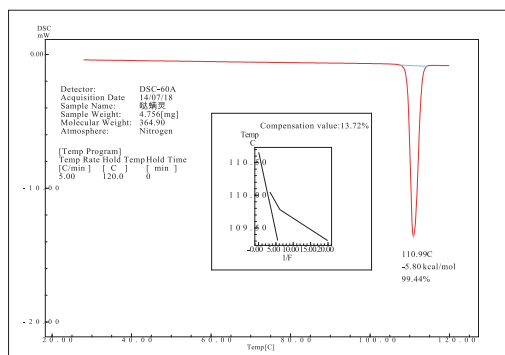
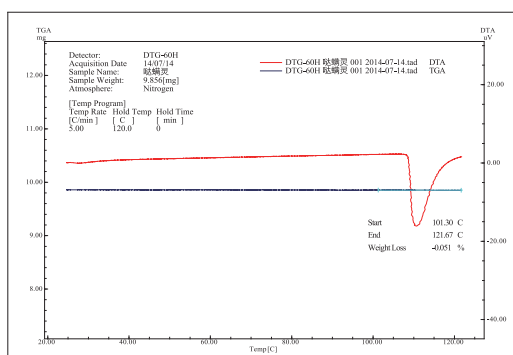
由 DTG 曲线可以看出：利巴韦林熔程无明显分解失重，可以通过 DSC 方法分析利巴韦林的纯度。DSC 曲线分析得到，利巴韦林熔点为 168.06°C (理论值 166~169°C)；使用 Purity Determination 软件，依据 Van't Hoff 方程分析利巴韦林纯度 99.61%。

2.2 金刚烷胺



由 DTG 曲线可以看出：金刚烷胺熔融内失重分解严重，失重量为 99.8%，（如左图），热量变化严重干扰熔融焓变，所以金刚烷胺不能使用该方法来测定纯度。

2.3 哒螨灵



由 DTG 曲线可以看出：哒螨灵熔程无明显分解失重，可以通过 DSC 方法分析哒螨灵的纯度。DSC 曲线分析得到，哒螨灵熔点为 110.99°C（理论值 110~112°C）；使用 Purity Determination 软件，依据 Van't Hoff 方程分析利巴韦林纯度 99.44%。

2.4 药品测定结果

表 1 药品熔点、纯度测定结果 (DSC)

项目	称样量	熔点 (°C)		纯度 (%)	
		标准值	测定值	标准值	测定值
利巴韦林	3.416 mg	166~169	168.06	>99%	99.61
哒螨灵	4.756 mg	110~112	110.99	>99%	99.44

结论

本文参考 GB/T 28724-2012《固体有机化学品熔点的测定》、GB/T 28723-2012《固体有机化学品纯度的测定》和 ASTM E 928-2008《Standard Test Method for Purity by Differential Scanning Calorimetry》，使用 DSC 法测定了利巴韦林和哒螨灵药品粉末的熔点和纯度。实验结果表明，DSC 方法纯度测定结果与该药品粉末的标准值吻合。该方法样品用量少，准确度高，适合药品及标准品分析的要求。