

作者

Kevin Menard

PerkinElmer Thermal Laboratory

College of Materials Science and Engineering
University of North Texas
Texas, USA

StepScanDSC高效 分离叠加转变过程

StepScanDSC属于温度调制DSC技术的一大类，是PerkinElmer公司专利技术，配合功率补偿型DSC 8000/8500协同使用。该方法原理为利用一系列的瞬时加热和等温步骤覆盖整个感兴趣的温度范围，进而高效分离动力学和热力学信号。使用StepScan™

DSC方法，可以在单次实验中获得两种信号：热力学Cp信号反映了材料的热力学性质，而等温信号则代表了样品在加热过程中的动力学性质。下述简单公式在数学上描述了StepScan DSC方法：

$$\text{热流信号} = C_p(dT/dt) + f(T,t)$$

在该公式中，Cp是样品的比热容，dT/dt是加热速率，f(T,t)是动力学响应函数。Cp项代表了样品的热力学性质，功率补偿式DSC使用严格意义上的线性加热以获得最佳的结果，而不使用加热速率持续变化的正弦波。在功率补偿式DSC和StepScan DSC方法中，样品保持在等温条件下时，加热速率为零，样品的热流完全由动力学项来描述。因为样品或者是处于线性加热状态，或者是处于等温保持状态（真正的等温），StepScan DSC方法非常直接，提供了最纯粹的温度调制DSC测试。

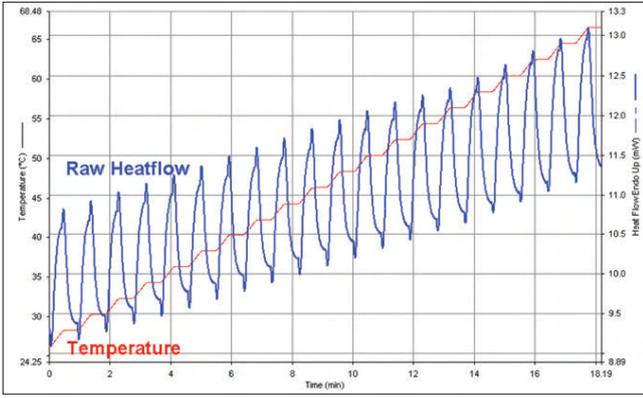


图1. StepScan测试的温度扫描过程及其所产生的热流信号

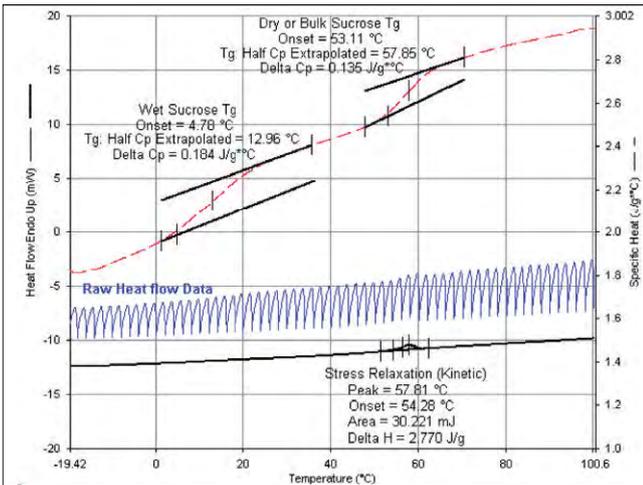


图2. 咳嗽药片 (5.8毫克) 的StepScan测试结果。温度台阶为2 °C, 升温速率为每分钟5 °C, 名义等温时间为30秒。氮气吹扫, 自动液氮冷却。

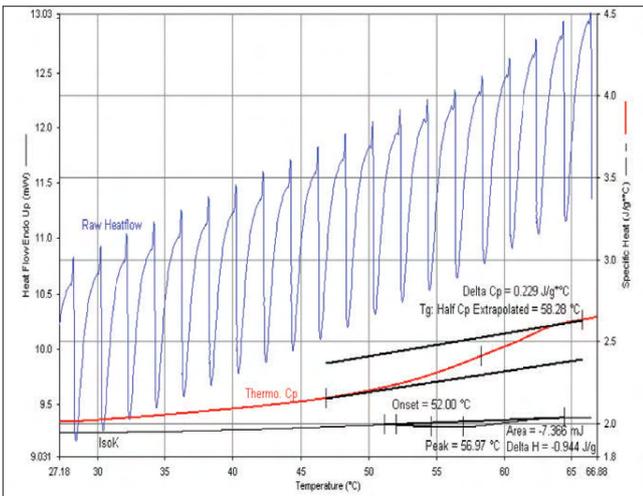


图3. 6.1毫克蔗糖与BSA低压冻干混合物的StepScan测试结果。实验条件与图2相同。在热力学Cp曲线上可以很容易地看到玻璃化转变。

样品的玻璃化转变过程经常被同时发生的其他事件所掩盖, 例如热焓松弛、水分释放、结晶、应力消除等。StepScan DSC可以分离玻璃化转变与上述动力学效应, 使得玻璃化转变更容易被识别。图2所示为某个止咳药片的StepScan DSC测试数据。常规DSC上显示的玻璃化转变被一个热焓松弛吸热峰所掩盖, 而StepScan DSC测试可以将二者分离。在热力学Cp曲线上, 室温附近的玻璃化转变对应于水增塑的咳嗽药片外表面, 而较高温度时的玻璃化转变则对应于干燥内部的蔗糖。等温基线显示了样品热焓松弛产生的峰。

对于10%蔗糖与牛血清白蛋白(BSA)组成的混合物, 热力学Cp数据显示玻璃化转变大约发生于65 °C。此外, 等温基线显示与该玻璃化转变相关联的热焓松弛的焓变为3.85 J/g。

这些数据均可在一次实验中快速地获得。同样的技术还可以用于低温测试玻璃化转变的场合。

总结/结论

StepScan DSC扫清障碍以观察微弱的或被掩盖的转变过程的能力, 使其成为药物研究、开发和质量控制的强大分析技术。

PerkinElmer, Inc.

珀金埃尔默仪器（上海）有限公司

地址：上海 张江高科技园区 张衡路1670号

邮编：201203

电话：021-60645888

传真：021-60645999

www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表，请访问<http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs>

版权所有 ©2012, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自持有者或所有者的财产。

009943_01_CN