

Thermal Analysis

作者

M.G. Garavaglia

PerkinElmer, Inc.
Shelton, CT 06484 USA

药物分解产物的 热重-红外 (TG-IR) 分析

引言

雷莫拉宁 (Ramoplanin) 是由游动放线菌 (Actinoplanes spp) 发酵产生的一种口服抗生素，对好氧与厌氧的革兰氏阳性菌都有抗菌活性。分子结构的复杂性、无定形态

以及缺乏常规的结晶过程使雷莫拉宁难以用差示扫描量热 (DSC) 分析进行鉴别。在水分和残余溶剂挥发之后，雷莫拉宁会发生分解，伴随产生一些气体产物。PerkinElmer的研究人员对雷莫拉宁的气体分解产物进行了鉴别分析。

样品预处理

样品存储于密封瓶中。热重-红外 (TG-IR) 分析不需要任何样品预处理措施，只需在分析前称量样品的质量。在本研究中，样品质量为1.262 mg，空气气氛，在20~900 °C 范围内以每分钟25 °C的速率升温。

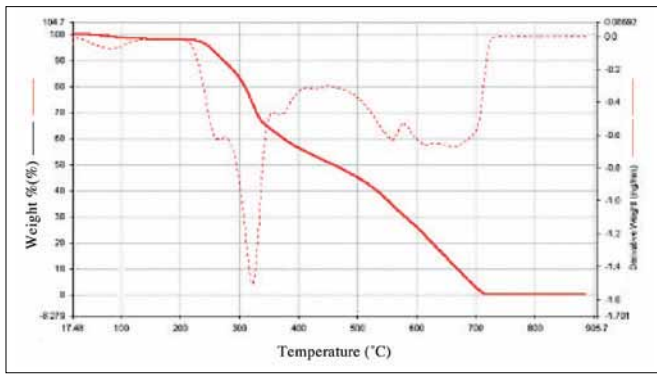


图1. TGA失重曲线(实线)显示了样品质量损失跟温度的函数关系。虚线是导数曲线, 显示了重量变化的速率, 突出了好几种成分的溢出。

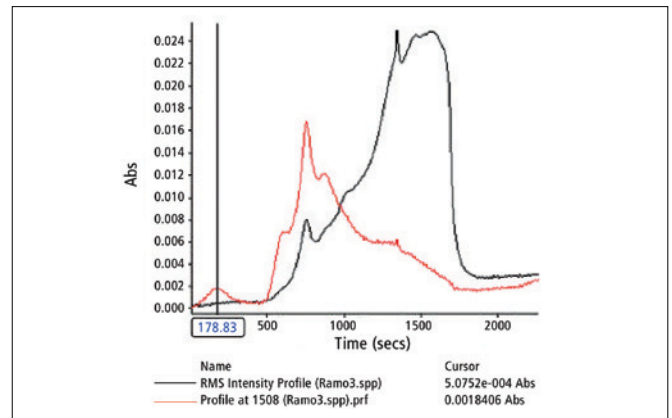


图3. 水蒸气溢出图与图2中的气体溢出强度剖面图重叠在一起。

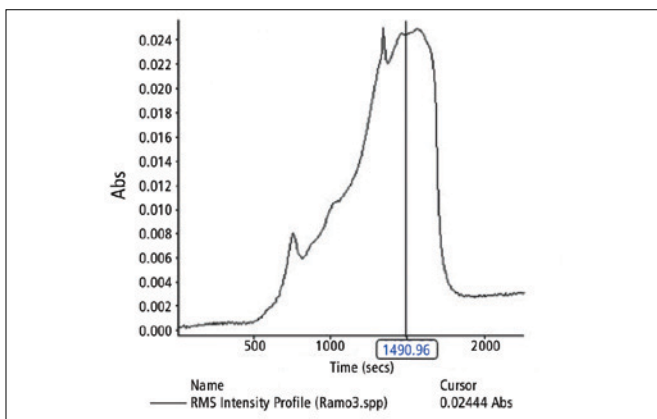


图2. 气体溢出强度剖面图显示了红外信号总强度的变化。该剖面图中的峰数目与图1中导数曲线的峰数目一致。

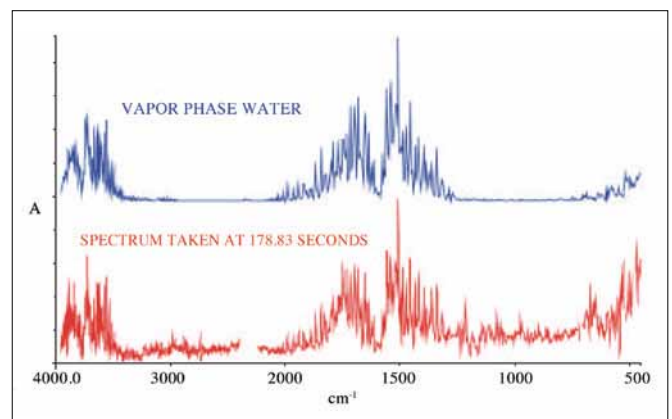


图4. 气相水红外光谱与178.83 s时采集的样品红外光谱比较。

实验条件

TG-IR分析所用仪器为PYRIS® TGA热天平和FT-IR Spectrum™ 2000红外光谱仪。所用气氛为氮气和空气, 样品在两种气氛中分解产物基本一致。然而, 在氮气中样品即便到900 °C也不会完全分解, 总有一些碳剩余。在空气中, 样品在大约700 °C时完全分解, 释放大量的二氧化碳。

结果讨论

图1所示为TGA和DTGA曲线。最主要的两步分解发生在300 °C和600 °C左右。上述结果说明样品分解的过程非常复杂, 从分子的不同部位释放出多种气体——稍后详细讨论。

TG-IR分析

图2所示为气体释放强度剖面图。可以清楚看到该图与TGA曲线的对应性, 其中的峰数目与DTGA上的峰数目也一样。在TGA曲线上, 可以看到100 °C附近有明显的重

量损失。对释放的气体进行分析, 可以知道该气体是水蒸气。图3所示为水蒸气释放强度剖面图(红色), 图4所示为释放气体的红外光谱与水蒸气的标准光谱。

样品的初步分解发生在200 °C到450 °C之间, 失重约22%。该阶段释放气体的红外光谱分析说明从200 °C到275 °C样品释放的是水蒸气和少量氯化氢(如图5所示)。

温度升高到280 °C至450 °C时, 样品释放氨气、水蒸气、二氧化碳、一氧化碳, 以及某种未知气体。该未知气体在2268 cm⁻¹处出现单一的振转红外谱带, 是-C=N基团的典型吸收峰。图6所示为325 °C(765 s)时的气体分解产物光谱, 体现了上述多种气体的吸收峰。

从460 °C到700 °C, 样品完全氧化, 产生大量二氧化碳。图7所示为650 °C时释放气体的红外光谱与二氧化碳的标准光谱。

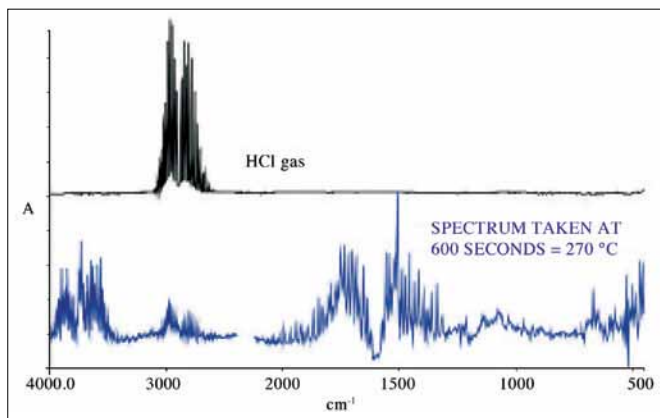


图5. 氯化氢气体红外光谱与600 s (270 °C) 时的样品红外光谱比较。

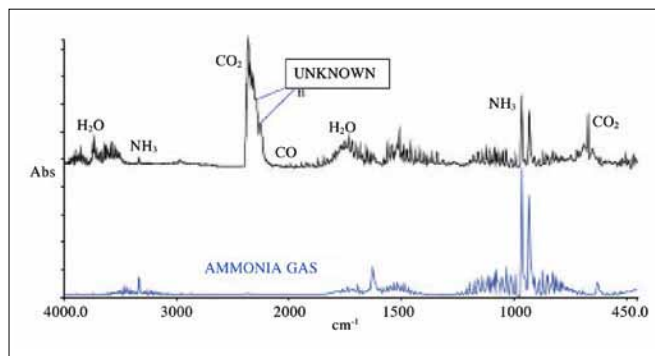


图6. 氨气气体红外光谱与样品红外光谱比较。

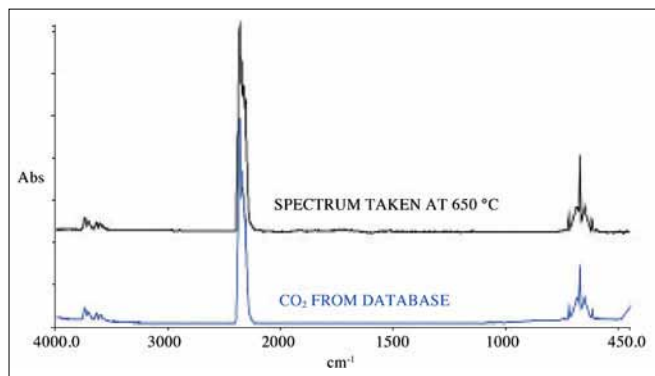


图7. 二氧化碳标准红外光谱与650 °C时的样品红外光谱比较。

总结

综上所述，雷莫拉宁在210 °C左右开始分解，释放出水蒸气、氯化氢、氨气、二氧化碳、一氧化碳，还有某种未知气体（可能是异氰酸）。

PerkinElmer既可以提供热分析又可以提供红外光谱，能够比单一供应商提供更完整、全面地样品测试和表征。

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](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。