

试样 羟丙基甲基纤维素邻苯二甲酸酯(HPMCPH HP 55)

应用 非活性成分(片剂包衣)

条件 测试仪器: DSC和TGA

DSC坩埚: 40 $\mu$ l铝坩埚, 盖钻孔。

TGA坩埚: 100 $\mu$ l铝坩埚, 盖钻孔。

试样制备: 样品在不同相对湿度条件的干燥器中贮存。

DSC 测试: 以20K/min由30 $^{\circ}$ C升温至150 $^{\circ}$ C、降温至30 $^{\circ}$ C、在30 $^{\circ}$ C恒温5min、然后升温至300 $^{\circ}$ C。

TGA 测试: 以20K/min由30 $^{\circ}$ C升温至300 $^{\circ}$ C。

气氛: 氮气, DSC: 50 ml/min, TGA: 80 ml/min

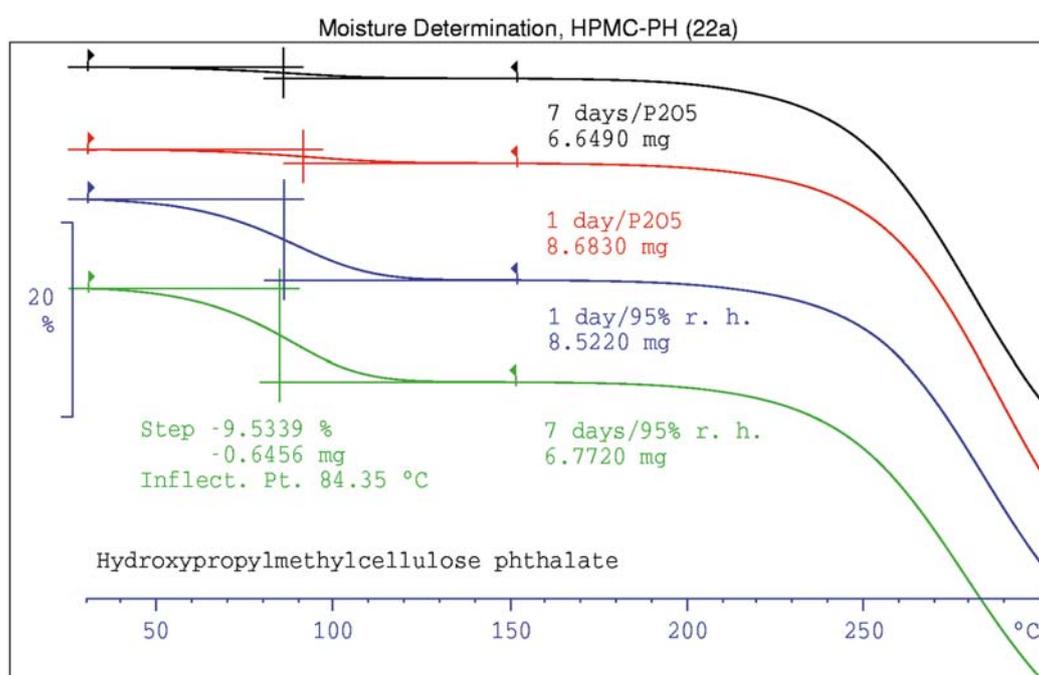


图 3.19 在不同相对湿度条件下贮存的 HPMCPH HP 55 试样的 TGA 曲线

解释

图 3.19 为贮存在不同相对湿度条件下的试样的 TGA 曲线。试样的水含量可由相应 TGA 曲线的第一个台阶测定。得到的值与贮存条件有关。

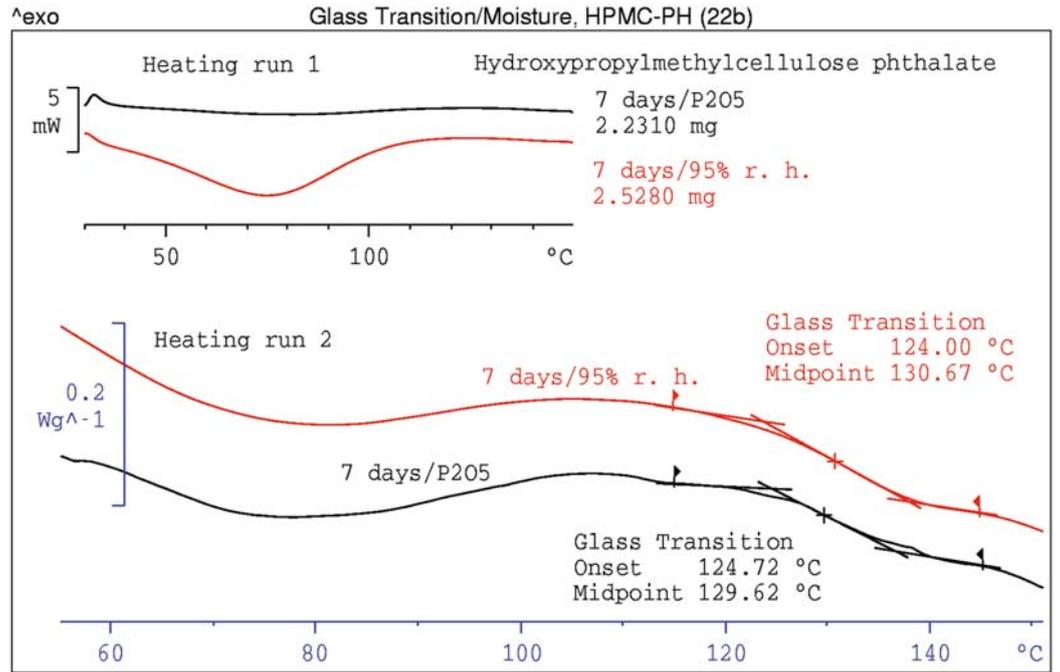


图 3.20  $\alpha$ -D-一水葡萄糖在钻孔盖坩埚中测量的 TGA 和 SDTA 曲线

### 解释

图 3.20 为两个不同试样第一次和第二次升温的 DSC 曲线。由于测量是用盖钻孔的坩埚完成的，所以在第一次测量时水分可以蒸发掉，可由大的吸热峰观察到这一过程。峰与释放的水量有关。此外，峰与“湿样品”的玻璃化转变部分重叠。因此，第二次升温用于测定玻璃化转变( $T_g$ )，此时水分业已释放。

### TGA 计算

贮存条件	TGA 台阶	DSC $T_g$ 中点
Storage	TGA Step	DSC $T_g$ midpoint
	%	°C
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 上 7 天	1.18	129.6
7 days over P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>		
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 上 1 天	1.39	—
1 days over P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>		
未处理	2.50	—
Untreated		

相对湿度 95%下 1 天 1 day at 95% r. h.	8.28	—
相对湿度 95%下 7 天 7 days at 95% r. h.	9.50	130.7

## 结论

基于纤维素的聚合物易于吸水，吸水量取决于贮存条件。无水样品通常用于测定玻璃化转变温度( $T_g$ )，由计算第二次升温曲线得到。如果必须对含不同水分含量的聚合物测定玻璃化转变温度，则必须使用密封坩埚。