

文章编号: 1671-6833(2006)04-0029-03

# 肌醇的热分析研究

周彩荣, 李 静, 石晓华, 王海峰

(郑州大学化工学院, 河南郑州, 450001)

**摘 要:** 用差示扫描量热法(DSC)和热重法(DTA-TGA)对肌醇进行了热分析研究; 用 DSC 法测得了肌醇的熔点为  $227.67\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 熔化热为  $256.67\text{ J}\cdot\text{g}^{-1}$ , 用 DSC 和 DTA-TGA 联合分析得到肌醇分解温度在  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  以上. 同时确定了 DSC-60 差示扫描量热仪测定肌醇的实验条件, 即在升温速率  $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ , 氮气流速  $30\text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$  的条件下, 分析肌醇样品可得到较好的 DSC 曲线.

**关键词:** 肌醇; 差示扫描量热法; 微分热重-差热法; 熔点; 熔化热

**中图分类号:** TQ 233.19

**文献标识码:** A

## 0 引言

肌醇即环己六醇, 分子式为  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ , 分子量为 180.16, 按其立体结构论, 肌醇有 8 种顺式、反式的立体异构体. 肌醇具有与维生素 B 类似的作用, 它能促进肝脏脂肪的代谢, 常可用于治疗肝硬化、脂肪肝、肝炎、糖尿病、动脉硬化、四氯化碳中毒等症. 作为医药中间体, 可用于合成烟酸肌醇酯、脉通等药物. 肌醇还具有防止皮肤衰老和脱发等功能, 能促进各种菌种和酵母的生长, 也可用于食品和饲料工业作为添加剂和动物生长激素等<sup>[1]</sup>. 肌醇应用十分广泛, 但有关肌醇的物性数据, 国内外文献资料报道的很少. 作者用差示扫描量热法(DSC)和微分热重-差热法(DTA-TGA)研究肌醇的热力学性质, 同时考察了升温速率、氮气流速等因素对热分析结果的影响.

## 1 实验部分

### 1.1 仪器

DTG-60 差热-热重分析仪(日本 Shimadzu(岛津)公司); DSC-60 差示扫描量热仪(日本 Shimadzu(岛津)公司), SPN-500 型氮气发生器(北京中惠普分析技术研究所).

### 1.2 试剂

肌醇(中国惠兴生化试剂有限公司, 上海), 生化试剂.

## 2 结果与讨论

差示扫描量热法是在温度程序控制下, 测量输送给被测物质和参比物质的能量差值与温度之间的关系的一种技术, 它通过把热量输给样品或参比物, 以保持样品温度与参比物(或炉子均温块)的温度相等, 并记录保持这些等温条件所需的热量随时间或温度的变化关系. 由于试样的热量变化随时可得到补偿, 试样与参比物的温度始终相等, 避免了参比物与试样之间的热传递, 故仪器的反应灵敏, 分辨率高, 重现性好<sup>[2]</sup>.

### 2.1 DTA-TGA 分析结果

实验条件为: 样品质量  $0.990\text{ mg}$ , 升温速率  $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ , 氮气流速  $30\text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$ , 参比物质为光谱纯  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉末, 氧化铝坩埚, 从室温到  $550\text{ }^{\circ}\text{C}$  进行分析, 热分析曲线如图 1 所示. 在  $224.89\sim 227.88\text{ }^{\circ}\text{C}$  有一个很明显的吸热峰但无失重变化, 说明这是一个相变过程即熔化过程, 这与文献报道的熔程范围相吻合<sup>[3]</sup>, 在  $329.36\sim 382.90\text{ }^{\circ}\text{C}$  温度范围内出现剧烈失重.

### 2.2 DSC-60 差示扫描量热仪测定结果分析<sup>[4~6]</sup>

#### 2.2.1 升温速率对 DSC 曲线的影响

升温速率是差热分析中一个重要的参数指标, 它能直接影响 DSC 曲线的形状和特征. 在氮气流速  $30\text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$ , 升温速率为 5, 10, 15, 20,

收稿日期: 2006-08-08; 修订日期: 2006-09-17

基金项目: 郑州大学引进人才基金资助项目

作者简介: 周彩荣(1958-), 女, 江苏沭阳人, 郑州大学教授, 博士, 主要从事精细有机合成和基础工程数据的研究.

25 ℃·min<sup>-1</sup>下测得的肌醇的 DSC 曲线见图 2.

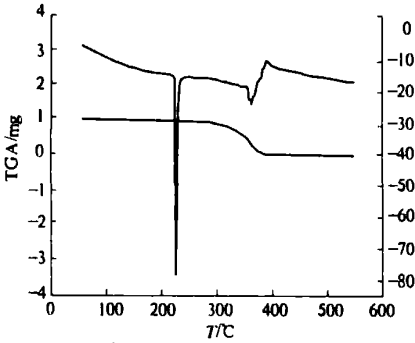


图 1 DTA-TGA 分析谱图

Fig.1 Analysing scan of DTA-TGA

从图 2 中可以看出,随着升温速率的提高, $\Delta T_{\min}$ 和  $T_f$  也都增大( $\Delta T_{\min}$ 是曲线峰的峰顶温度, $T_f$ 是曲线峰的最终温度),但是增幅较小,吸热谷变得尖而窄,谷底温度出现滞后现象,放热谷变得宽而钝,整个吸热谷呈现向高温区漂移的特征.研究发现升温速率为 20 ℃·min<sup>-1</sup>时,肌醇的 DSC 曲线峰形比较好.

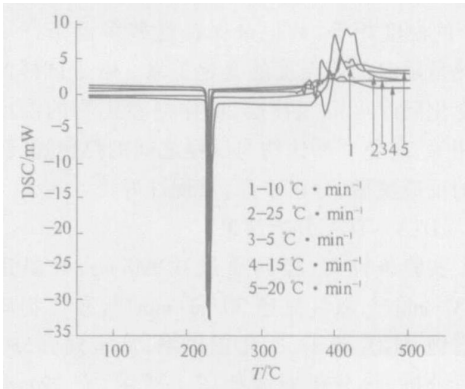


图 2 升温速率的考察

Fig.2 Study of heating rate

2.2.2 氮气流速对 DSC 曲线的影响

一般所用气体气氛有两类:①静态气氛,通常是封闭系统;②动态气氛,气体流经样品和参比物.在氮气气氛作用下,将肌醇样品在 20 ℃·min<sup>-1</sup>的升温速率条件下,分别以 0, 10, 20, 30, 40 ml·min<sup>-1</sup>不同的氮气流速进行实验,测得的肌醇的 DSC 曲线如图 3 所示.

由图 3 可看出静态气氛和动态气氛的曲线比较相似,不同流速的动态气氛的熔融峰基本重合,但是分解的峰相差比较大,说明氮气流速的大小能够影响肌醇的分解,但对肌醇的熔化过程没有影响.研究发现氮气流速为 30 ml·min<sup>-1</sup>时,肌醇的 DSC 曲线峰形比较好.

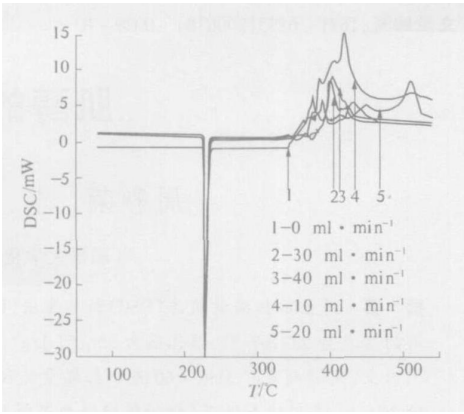


图 3 氮气流速的考察

Fig.3 Study of nitrogen atmosphere flow rate

2.3 熔点及熔化热的考察

采用 DSC-60 差示扫描量热仪在不同条件下考察肌醇的熔点及熔化热,实验结果如表 1 所示.由表 1 可知,肌醇的熔点为 227.67 ℃,熔化热为 256.67 J·g<sup>-1</sup>.

表 1 不同实验条件下的测定结果

Tab.5 Results of different experiment condition

实验序号	升温速率 / (℃·min <sup>-1</sup> )	氮气流速 / (ml·min <sup>-1</sup> )	样品用量 / mg	熔点 / ℃	熔化热 / (J·g <sup>-1</sup> )
1	5	30	1.626	226.30	-244.92
2	10	30	2.313	227.05	-259.27
3	15	30	0.898	227.05	-255.07
4	20	30	1.259	228.02	-258.36
5	25	30	1.555	228.42	-265.59
6	20	0	1.144	228.02	-258.36
7	20	10	1.654	227.82	-244.90
8	20	20	1.003	227.85	-253.96
9	20	30	1.295	228.02	-258.36
10	20	40	1.193	228.09	-267.83
均值				227.67	-256.67

2.4 分解考察

由图 1 可知,从 300 ℃开始,肌醇样品出现失重现象,这可能是由于样品已经开始气化或分解,具体考察的方法是在密闭系统中,在相同的实验条件下即在氮气流速为 30 ml·min<sup>-1</sup>、参比物三氧化二铝 7.514 g、升温速率 20 ℃·min<sup>-1</sup>时,将样品第一次加热至某一温度,然后冷却下来,再进行第二次加热并达到前一温度,观察两次的 DSC 曲线有无变化,如果发生明显变化,说明样品已分解变质.图 4 分别为把样品加热到 390, 380, 325 ℃,然后冷却后,再进行第二次加热并达到前一温度.由图 4(a)、(b)可看出,两次加热的 DSC 谱图

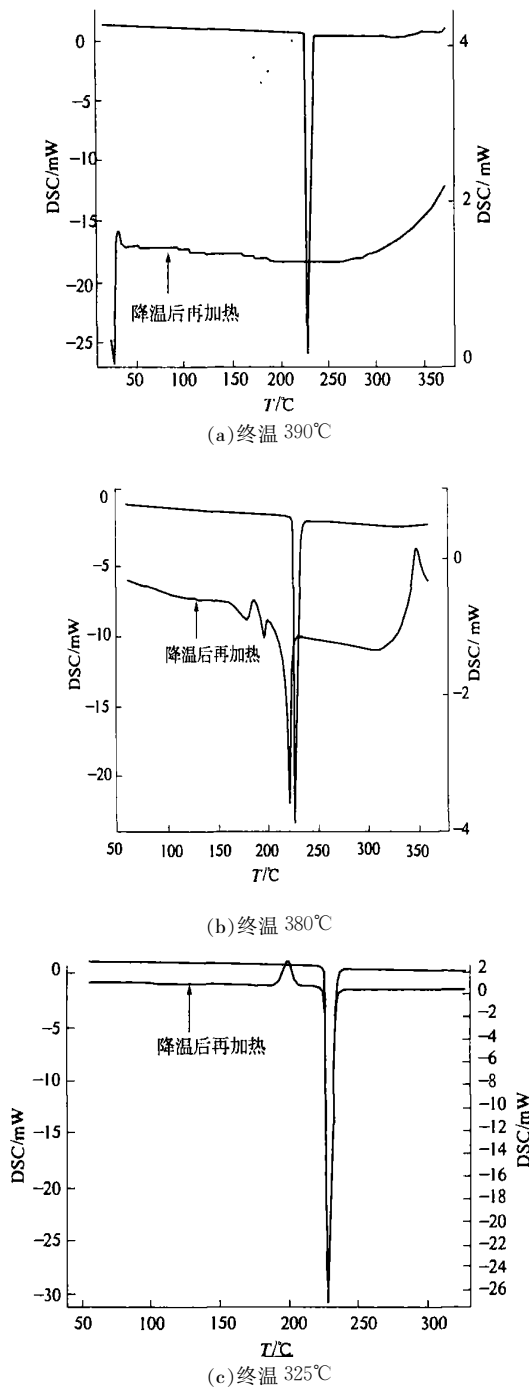


图 4 终温分别在 390 °C、380 °C、325 °C 时 DSC 图谱  
Fig-4 DSC in end temperature 390 °C, 380 °C & 325 °C

明显不同,说明在 390 °C、380 °C 时样品已经分解;在 325 °C 时,两次加热的 DSC 曲线基本相同,但在 200 °C 时有放热峰出现,说明样品在 325 °C 仍有分解,由图 1 可知,肌醇样品出现失重现象是从接近 300 °C 开始的,说明肌醇分解温度在 300 °C 以上.

### 3 结论

(1) 用 DSC 和热重法(DTA-TGA)对肌醇进行了热分析研究,测得肌醇的熔点为 227.67 °C,熔化热为 256.67 J·g<sup>-1</sup>,分解温度在 300 °C 以上.

(2) 确定了用 DSC-60 差示扫描量热仪测定肌醇的实验条件,即在升温速率 10 °C·min<sup>-1</sup>、氮气流速 30 ml·min<sup>-1</sup>的条件下,肌醇样品可得到较好的 DSC 曲线.

### 参考文献:

- [1] 石增生,刘巧茹,董文举,等. 肌醇生产工艺进展[J]. 中国医药工业杂志,2005,36(1):56~59.
- [2] 蔡正千. 热分析[M]. 北京:高等教育出版社,1993.
- [3] 任鸿均. 植酸、植酸钙和肌醇[J]. 化工科技市场,2003,26(4):27.
- [4] SARI A, SARI H. Thermal properties and thermal reliability of eutectic mixtures of some fatty acids as latent heat storage materials[J]. Energy Conversion and Management, 2004, 45: 365~376
- [5] CAO J. Melting study of the  $\alpha$ -form crystallites in human hair keratin by DSC [J]. Thermochimica Acta, 1999, (335):5~9.
- [6] YU L, CHRISTIE G. Measurement of starch thermal transitions using differential scanning calorimetry[J]. Carbohydrate Polymers, 2001, 46: 179~184.

### Study on Thermal Analysis of Inositol

ZHOU Cai-rong, Li Jing, SHI Xiao-hua, WANG Hai-feng

(School of Chemical Engineering, Zhengzhou University, Zhengzhou 450001, China)

**Abstract:** The thermodynamics properties of inositol is studied by Differential Scanning Calorimetry and DTA-TGA. The melting point is 227.67 °C, the melting heat value is 256.67 J·g<sup>-1</sup>, and decomposition temperature is over 300 °C for inositol respectively. The thermal analysis conditions were investigated for inositol. The better experimental conditions is 10 °C·min<sup>-1</sup> for the heating rate, 30 ml·min<sup>-1</sup> for the nitrogen flow rate by DSC-60.

**Key words:** inositol; differential scanning calorimetry; differential thermal analysis; melting point; melting heat