

药物分析之西药分析熔点测定法 PDF转换可能丢失图片或格式，建议阅读原文

[https://www.100test.com/kao\\_ti2020/18/2021\\_2022\\_\\_E8\\_8D\\_AF\\_E7\\_89\\_A9\\_E5\\_88\\_86\\_E6\\_c23\\_18156.htm](https://www.100test.com/kao_ti2020/18/2021_2022__E8_8D_AF_E7_89_A9_E5_88_86_E6_c23_18156.htm)

依照待测物质的性质不同，测定法分为下列三种。各品种项下未注明时，均系指第一法。第一法 测定易粉碎的固体药品。取供试品适量，研成细粉，除另有规定外，应按照各药品项下干燥失重的条件进行干燥。若该药品为不检查干燥失重、熔点范围低限在135以上、受热不分解的供试品，可采用105 干燥；熔点在135以下或受热分解的供试品，可在五氧化二磷干燥器中干燥过夜或用其他适宜的干燥方法干燥，如恒温减压干燥。分取供试品适量，置于熔点测定用毛细管（简称毛细管，由中性硬质玻璃管制成，长9cm以上，内径0.9~1.1mm，壁厚0.10~0.15mm，一端熔封；当所用温度计浸入传温液在6cm以上时，管长应适当增加，使露出液面3cm以上）中，轻击管壁或借助长短适宜的洁净玻璃管，垂直放在表面皿或其他适宜的硬质物体上，将毛细管自上口放入使自由落下，反复数次，使粉末紧密集结在毛细管的熔封端。装入供试品的高度为3mm。另将温度计（分浸型，具有0.5 刻度，经熔点测定用对照品校正）放入盛装传温液（熔点在80 以下者，用水；熔点在80 以上者，用硅油或液状石蜡）的容器中，使温度计汞球部的底端与容器的底部距离2.5cm以上（用内加热的容器，温度计汞球与加热器上表面距离2.5cm以上）。加入传温液以使传温液受热后的液面适在温度计的分浸线处。将传温液加热，俟温度上升至较规定的熔点低限约低10 时，将装有供试品的毛细管浸入传温液，贴附在温度计上（可用橡皮圈

或毛细管夹固定), 位置须使毛细管的内容物部分适在温度计汞球中部; 继续加热, 调节升温速率为每分钟上升 $1.0 \sim 1.5$ , 加热时须不断搅拌使传温液温度保持均匀, 记录供试品在初熔至全熔时的温度, 重复测定3次, 取其平均值, 即得。“初熔”系指供试品毛细管内开始局部液化出现明显液滴时的温度。“全熔”系指供试品全部液化时的温度。测定熔融同时分解的供试品时, 方法如上述, 但调节升温速率使每分钟上升 $2.5 \sim 3.0$ ; 供试品开始局部液化时(或开始产生气泡时)的温度作为初熔温度; 供试品固相消失全部液化时的温度作为全熔温度。遇有固相消失不明显时, 应以供试品分解物开始膨胀上升时温度作为全熔温度。某些药品无法分辨其初熔、全熔时, 可以其发生突变时的温度作为熔点。第二法 测定不易粉碎的固体药品(如脂肪、脂肪酸、石蜡、羊毛脂等)。取供试品, 注意用尽可能低的温度熔融后, 吸入两端开口的毛细管(同第一法, 但管端不熔封)中, 使高达约10mm。在 $10$ 或 $10$ 以下的冷处静置24小时, 或置冰上放冷不少于2小时, 凝固后用橡皮圈将毛细管紧缚在温度计(同第一法)上, 使毛细管的内容物部分适在温度计汞球中部。照第一法将毛细管连同温度计浸入传温液中, 供试品的上端应适在传温液液面下约10mm处。小心加热, 俟温度上升至较规定的熔点低限尚低约 $5$ 时, 调节升温速率使每分钟上升不超过 $0.5$ , 至供试品在毛细管中开始上升时, 检读温度计上显示的温度, 即得。第三法 测定凡士林或其他类似物质。取供试品适量, 缓缓搅拌并加热至温度达 $90 \sim 92$ 时, 放入一平底耐热容器中, 使供试品厚度达到 $12 \pm 1$ mm, 放冷至较规定的熔点上限高 $8 \sim 10$ ; 取刻度为 $0.2$ 、水银球长 $18 \sim 28$ mm、直径 $5 \sim 6$ mm的温度

计(其上部预先套上软木塞，在塞子边缘开一小槽)，使冷至5℃后，擦干并小心地将温度计汞球部垂直插入上述熔融的供试品中，直至碰到容器的底部（浸没12mm），随即取出，直立悬置，俟粘附在温度计球部的供试品表面浑浊，将温度计浸入16℃以下的水中5分钟，取出，再将温度计插入一外径约25mm、长150mm的试管中，塞紧，使温度计悬于其中，并使温度计球部的底端距试管底部约为15mm；将试管浸入约16℃的水浴中，调节试管的高度使温度计上分浸线同水面相平；加热水浴温度以每分钟2℃的速率升至38℃，再以每分钟1℃的速率升温至供试品的第一滴脱离温度计为止；检读温度计上显示的温度，即可作为供试品的近似熔点。再取供试品，照前法反复测定数次。如前后3次测得的熔点相差不超过1℃，可取3次的平均值作为供试品的熔点。如3次测得的熔点相差超过1℃时，可再测定2次，并取5次的平均值作为供试品的熔点。

100Test 下载频道开通，各类考试题目直接下载。详细请访问 [www.100test.com](http://www.100test.com)