

0612 熔点测定法

依照~~待测物质~~供试品的性质不同，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 测定易粉碎的固体兽药

A. 传温液加热法

取供试品适量，研成细粉，除另有规定外，应~~按照~~各品种项下干燥失重的条件进行干燥。若该品种为不检查干燥失重、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~~水银汞~~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~~水银汞~~球与加热器上表面距离 2.5cm 以上）~~或只用经对照品校正后的电阻或数字温度计~~；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，待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~~水银球~~测量区中部；继续加热，调节升温速率为每分钟上升 1.0~1.5℃，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~~全终~~熔时的温度，重复测定 3 次，取其平均值，即得。

“初熔”系指供试品在毛细管内开始局部液化出现明显液滴时的温度。

“~~全终~~熔”系指供试品全部液化时的温度。

“熔距”系指初熔与~~终熔~~的温度差值。熔距值可反映供试品的化学纯度，当供试品存在多晶型现象时，在保证化学纯度的基础上，熔距值大小也可反映其晶型纯度。

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 2.5~3.0℃；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~~全终~~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的温度作为~~全终~~温度。某些兽药无法分辨其初熔、~~全终~~时，可以~~其将~~发生突变时的温度作为熔点。

B. 电热块空气加热法

系采用自动熔点仪的熔点测定法。自动熔点仪有两种测光方式：一种是透射光方式，一种是反射光方式；某些仪器兼具两种测光方式。大部分自动熔点仪可置多根毛细管同时测定。

分取经干燥处理（同 A 法）的供试品适量，置熔点测定用毛细管（同 A 法）中；将自动熔点仪加热块加热至较规定的熔点低限约低 10℃ 时，将装有供试品的毛细管插入加热块

中,继续加热,调节升温速率为每分钟上升 1.0~1.5℃,重复测定 3 次,取其平均值,即得。

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 2.5~3.0℃。

遇有色粉末、熔融同时分解、固相消失不明显且生成分解物导致体积膨胀、或含结晶水(或结晶溶剂)的供试品时,可适当调整仪器参数,提高判断熔点变化的准确性。当透射和反射测光方式受干扰明显时,可允许目视观察熔点变化;通过摄像系统记录熔化过程并进行追溯评估,必要时,测定结果的准确性需经 A 法验证。

自动熔点仪的温度示值要定期采用熔点标准品进行校正。必要时,供试品测定应随行采用标准品校正仪器。

若对 B 法测定结果持有异议,应以 A 法测定结果为准。

第二法 测定不易粉碎的固体兽药(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,使供试品高达约 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水银球中部。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,待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 90~92℃时,放入一平底耐热容器中,使供试品厚度达到 12mm±1mm,放冷至较规定的熔点上限高 8~10℃;取刻度为 0.2℃、水银球长 18~28mm、直径 5~6mm 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水银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,待俟黏附在温度计水银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,并使温度计水银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的分浸线同水面相平;加热使水浴温度以每分钟 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。