

自动熔点仪法检测原料药的熔点

1 前言

物质的熔点，即在一定压力下，纯物质的固态和液态呈平衡时的温度。对已知结构的原料药来说，熔点更是其重要的物理常数之一，利用熔点或者熔据可以鉴别和检查该药品的纯杂程度，测量原料药的熔点通常采用中国药典附录的第一法毛细管法，本文用全自动视频熔点仪测定农药原料的熔点，操作更加简单、结果更加准确。

2 仪器与设备

2.1 仪器

MP490、毛细管、长玻璃管

2.2 试剂

萘、乙二酸、蒽醌。



3 实验方法

3.1 实验步骤

准备工作：机器开机后设置温度 300℃ 预热半小时，以赶走仪器样品槽中的湿气。

装样：将样品装入有一头熔封毛细管中，取一长约 800mm 的玻璃管，直立于玻璃板上，将装有样品的毛细管在其中跌落数次，直至毛细管样品紧缩至 3-5mm 高。

熔点测定：对熔点仪进行仪器参数设置，待仪器达到预设的温度，将样品放入测试口中，点击升温按钮，仪器自动测定，记录数据。

3.2 参数设置

升温速率：3°C/min	初始温度：205°C
终止温度：225°C	坐标轴长度：10min

4 结果与讨论

4.1 实验结果

样品名称	样品编号	初熔(°C)	终熔(°C)	熔点范围平均值 (°C)
1#	1	215.51	219.39	215.78~218.95
	2	216.29	219.01	
	3	215.33	218.62	
	4	215.98	218.82	
2#	1	217.18	218.26	216.97~218.53
	2	217.09	218.49	
	3	217.03	218.62	
	4	216.57	218.53	

4.3 实验结论

通过实验数据可看出所测得的两个样品重复性均良好，符合该药品的检测要求熔程在 215-218.5°C。全自动视频熔点仪不仅有稳定可靠的熔点测试功能，还能清晰直观地显示样品变化曲线和实时高清样品熔化图像，可同时测定 4 个平行样，提高了工作效率。

参考文献

[1]中国药典 2000 版第二部[M].