

## 0613 凝点测定法

凝点系指一种物质照下述方法测定，由液体凝结为固体时，在短时间内停留不变的最高温度。

某些药品具有**一定确定**的凝点，纯度变更，凝点亦随之改变。测定凝点可以区别或检查药品的纯杂程度。

**仪器装置** 如图。内管 A 为内径约 25mm、长约 170mm 的干燥试管，用软木塞固定在内径约 40mm、长约 160mm 的外管 B 中，管底间距约 10mm。内管用一软木塞塞住，通过软木塞插入刻度为 0.1℃ 的温度计 C 与搅拌器 D，温度计汞球的末端距内管底约 10mm。搅拌器 D 为玻璃棒，上端略弯，末端先铸一小圈，直径约为 18mm，然后弯成直角。内管连同外管垂直固定于盛有水或其他适宜冷却液的 1000ml 烧杯中，并使冷却液的液面离烧杯口约 20mm。**温度计 E** 用于控制外烧杯水浴温度。

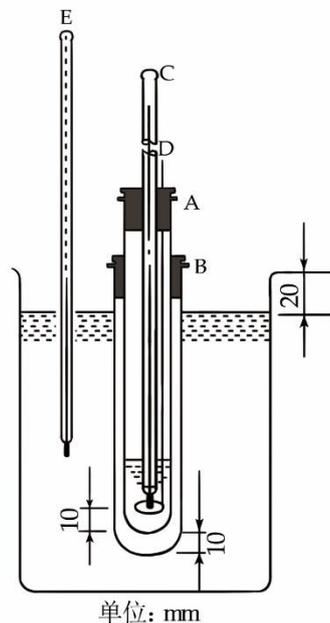


图 凝点测定仪器装置

**测定法** 取供试品（如为液体，量取 15ml；如为固体，称取 15~20g，加微温使**供试品**熔融），置内管中，使迅速冷却，并测定供试品的近似凝点。再将内管置较近似凝点约高 5~10℃ 的水浴中，使凝结物仅剩极微量未熔融。将仪器

按上述装妥，烧杯中加入较供试品近似凝点约低  $5^{\circ}\text{C}$  的水或其他适宜的冷却液。用搅拌器不断搅拌供试品，每隔 30 秒钟观察温度 1 次，至液体开始凝结，停止搅拌并每隔 5~10 秒钟观察温度 1 次，至温度计的汞柱在一点能停留约 1 分钟不变，或微上升至最高温度后停留约 1 分钟不变，~~即将该温度记录温度~~。连续读数次数应不少于 4 次，且各次读数范围应小于  $0.2^{\circ}\text{C}$ ，将该读数的平均值作为供试品的凝点。

**【附注】**如某些药品在一般冷却条件下不易凝固，需另用少量供试品在较低温度使其凝固后，取少量作为母晶晶种加到供试品中，方能测出其凝点。