

## 电热熔点测定器

第二军医大学药学系 周明德 朱作春\*

熔点是鉴定有机化合物的重要物理常数之一，通常用毛细管法<sup>(1)</sup>和显微熔点测定法<sup>(2)</sup>进行测定。但此两种操作都较繁琐，使用不便，尤其对250°C以上高温熔点的测定，毛细管法由于传温液的限制和易污染变黄，妨碍熔点观察；显微熔点法因仪器价昂，难以普及到学生实验，且有温度计损坏后难以复制的缺点。为使测定有机化合物熔点操作简便，经济实用，能适应化学实验室对众多学生进行基本操作训练的需要，我们自行设计并于1982年试制成功了一种电热熔点测定器。经中国科学院上海有机化学研究所、上海药物研究所、复旦大学和部队的军医学校及药局等三十多个单位近两年时间的试用，均反映该仪器性能良好，不仅所测熔点准确，数据可靠，而且操作简便，测定快速，受到有关大专院校和科研单位的普遍欢迎。此项成果的定型产品已于1984年6月14日在上海通过技术鉴定，现已批量生产，在全国、全军推广使用。

### 一、仪器的工作原理

根据焦耳—楞次定律：

$$H = 0.24 \frac{V^2}{R} t$$

式中：H—测定管中电热丝所放出的热量，单位是卡；

V—所用工作电压，单位是伏特；

R—测定管上所绕电热丝的电阻，单位是欧姆；

t—在某一工作电压下的加热时间，单位是秒。

利用均匀分布在测定管上的电热丝加热管内空气为热源，通过调压变压器调节工作电压来控制加热温度，样品直接放在温度计水银球特制的平面上进行直观测试。

### 二、仪器的结构

本仪器主要由测量系统和控温系统及配件放大

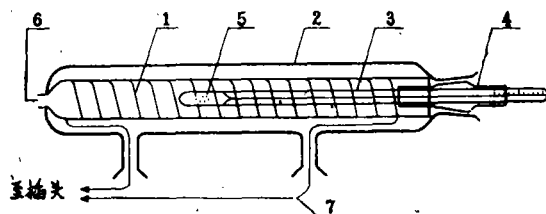
镜组成。现分述如下：

测量系统：系由测定管（即加热器）和温度计及木盒组成，担负加热和测量温度的功能。

控温系统：采用一般实验室具备的市售的调压变压器（功率0.54千瓦，2安培），通过调节不同的工作电压来控制所需的加热温度。

配件：放大镜（4~5倍），用于观察样品熔化情况和读数。

测定器结构如下图：



电热熔点测定器示意图

1、电热丝 2、测定管 3、温度计 4、温度计套管 5、放样品位置 6、出气孔 7、绝缘导线

### 三、性能和特点

- 1、所测熔点准确，数据可靠（见表1和表2）；
- 2、重复性好（见表3）；
- 3、测定范围大：室温~360°C；
- 4、升温迅速且易于控制；
- 5、能测定季铵盐、盐酸盐等易吸湿的有机盐类的熔点；
- 6、样品用量少（两粒芝麻大即可）；
- 7、操作简便（无需拉制毛细管等）；
- 8、测定速度快，比毛细管法提高工作效率3倍左右；
- 9、仪器性能稳定，安全可靠。

\* 江苏邗江沙头科教玻璃仪器厂

表 1 电热法与毛细管法测定某些样品熔点的比较

样品名称	样品熔点 (°C)	实 验 值 (°C)	
		电 热 法	毛 细 管 法
<i>Azobenzol</i>	68	67.7~68.2 67.7~68.1	68.0~69.0 67.8~68.8
<i>Benzil</i>	95	94.8~95.1 94.9~95.1	94.8~95.7 94.9~95.8
<i>Acetanilid</i>	114.5	114.0~114.5 114.0~114.2	114.0~115.0 114.0~115.0
<i>Phenacetin</i>	134.5	134.2~134.5 134.2~134.5	135.0~136.0 134.5~136.0
<i>Benzanilid</i>	163	163.0~163.5 163.0~163.5	163.0~163.6 163.0~164.0
<i>Salophen</i>	191	190.5~190.8 190.1~190.5	189.2~189.8 188.5~189.5
<i>Saccharin</i>	228	228.5~229.2 228.3~229.0	228.0~229.5 227.5~229.5
<i>Phenolphthalein</i>	263	263.3~264.0 263.5~264.0	/

表 2 电热法与显微法测定某些样品熔点的比较

样品名称	样品熔点 (°C)	实 验 值 (°C)	
		电 热 法	显 微 法
非 那 西 汀	134.5	134.0~134.5 134.0~134.5	134.0~134.5 133.5~136.0
苯 酰 替 苯 胺	163	163.0~164.0 163.0~164.0	163.5~166.0 163.0~166.0
氰 基 胍	210	208.0~209.5 208.0~209.5	208.0~210.5 208.0~210.0
糖 精	228	227.5~229.0 227.5~228.5	227.0~229.5 227.5~230.0
酚 酞	263	262.5~264.0 263.0~264.5	263.0~265.5 263.5~265.5

表3 重 复 性 试 验

样 品 名 称	乙 酰 苯 胺	试 验 次 数	实 验 值 (°C) (初熔~全熔)
样 品 熔 点	114.5°C	1	114.0~114.5
		2	113.9~114.4
温 度 计 精 度	0.1°C/格	3	114.0~114.5
		4	114.1~114.6
环 境 温 度	27°C	5	114.0~114.5
		6	114.0~114.4
工 作 电 压	25伏特	7	114.1~114.6
		8	114.1~114.5
每 分 钟	低10°C时, 1.5°C	9	114.0~114.5
升 温 速 度	低5°C时, 1~1.2°C	10	114.1~114.5
		平 均	114.03~114.5

注:表1、2、3中各实验所用样品,均系奥地利进口的显微熔点测定器中用作校正温度计的样品。

主要技术参数:

- 1、工作电压≤70伏特;
- 2、极限电压: 130伏特;
- 3、功率: 3.5~75瓦特(当工作电压为15~70伏特时)。

结 束 语

1、本仪器是简易快速测定有机化合物熔点的一种创新产品,可取代毛细管法,并在数据精确度、测定速度、测定范围和安全性能等各方面都优于后者;

2、本仪器对测定50°C以下低温和250°C以上高温熔点及易吸湿有机盐类的熔点有其独特的优点;

3、本仪器造价低廉,操作简便,测定快速,实用性强,易于普及。尤适宜用于有关大专院校学生的有机化学实验,也可作为有关教学、科研和工厂研究室的常规仪器;

5、目前360°C(0.5°C/格)分格的温度供应有时偏紧,供教学用的250°C温度计保障供应。

参 考 文 献

- [1] 《中国药典》1977年版,附录15。
- [2] VOGEL'S; Textbook of Practical Organic Chemistry, Longman, London and New York, Fourth Edition, P.28~9, 1978。

## 《中药材保管技术》出版

由张紫洞编著、人民卫生出版社出版的《中药材保管技术》一书共27万字, 32开本, 382页, 插图42幅, 定价1.05元。本书是编者继《药物贮藏法》、《卫材仓库技术管理》之后所写的有关药材贮藏保管的第三本专门著作, 也是结合教学和科研心得并总结近年来我国药材部门保管经验所写的一本较全面而系统的参考书。

内容分为总论(影响药材变质的外界因素、药材的化学成分及其性质、药材的霉变及其防治法、药材的害虫及其防治法、药材贮藏的新技术、药材仓库的技术管理、药材的检验和品质鉴定七章)和各论(根、根茎类、种子果实类、草及叶类、花及菌类、动物类保管法五章以及饮片炮制、中成药保管和中药材保管条件和养护方法检索表三章)。书末载有七个附录。

该书不仅可供中药材保管部门及医院药剂科、药局等技术人员的参考;而且亦可作为医药院校生药学和中药学的参考教材。

该书在今年第二季度业已出版发行, 全国各地新华书店均有经营。如当地书店无货, 读者可向北京市东单人民卫生出版社门市部邮购。

(本刊编辑室)