

Температурой плавления называют температуру, при которой происходит переход вещества из твердого состояния в жидкое.

Для определения температуры плавления в зависимости от физических свойств вещества применяют капиллярный метод ([метод 1](#)), открытый капиллярный метод ([метод 2](#)), метод мгновенного плавления ([метод 3](#)) и метод каплепадения ([метод 4](#)). Для твердых веществ, легко превращаемых в порошок, применяют методы 1 и 3, для аморфных веществ, не растирающихся в порошок и плавящихся ниже температуры кипения воды (таких как жиры, воск, парафин, вазелин, смолы), - методы 2 и 4.

Для веществ, не устойчивых при нагревании, определяют температуру разложения. Температурой разложения называют температуру, при которой происходит резкое изменение физического состояния или окраски вещества (вспенивание, побурение).

Для определения температуры плавления используют описанные ниже приборы и методы. Для калибровки приборов используют подходящие для этих целей стандартные вещества, имеющие температуру плавления, близкую к температуре плавления испытуемого вещества.

## **1. Капиллярный метод**

Температура плавления, определенная капиллярным методом, представляет собой температуру, при которой последняя твердая частичка уплотненного столбика вещества в капилляре переходит в жидкую фазу.

**Прибор 1.** Составными частями прибора являются:

- стеклянный сосуд, содержащий жидкость (например, воду, вазелиновое или силиконовое масло), используемый в качестве бани и оснащенный подходящим устройством для нагрева. Жидкость в бане следует выбирать в зависимости от требуемой температуры;
- устройство для перемешивания, обеспечивающее однородность температуры внутри бани;
- подходящий термометр с ценой деления не более 0,5°С. Разность между верхним и нижним делениями термометра в области измеряемой температуры - не более 100°С;
- запаянные с одного конца капилляры из нейтрального прочного стекла диаметром от 0,9 до 1,1 мм, толщиной стенок от 0,10 до 0,15 мм и длиной 10 см.

**Прибор 2.** Составными частями прибора являются:

- круглодонная колба из термостойкого стекла вместимостью от 100 до 150 мл; длина горла колбы 20 см; диаметр горла - от 3 до 4 см;
- пробирка из термостойкого стекла, вставленная в колбу и отстоящая от дна колбы на расстоянии 1,0 см; диаметр пробирки от 2,0 до 2,5 см;
- термометр ртутный стеклянный укороченный с ценой деления 0,5°С, вставленный во внутреннюю пробирку так, чтобы конец его отстоял от дна пробирки на 1,0 см;
- источник нагрева (газовая горелка, электрический обогрев);
- запаянные с одного конца капилляры из нейтрального прочного стекла диаметром от 0,9 до 1,1 мм, толщиной стенок от 0,10 до 0,15 мм и длиной от 6 до 8 см.

Колбу наполняют на 3/4 объема соответствующей жидкостью:

- вазелиновое масло или жидкие силиконы; серная кислота концентрированная - для веществ с температурой плавления от 80 до 260°C;

- раствор калия сульфата в серной кислоте концентрированной (3:7 по массе) - для веществ с температурой плавления выше 260°C;

- вода очищенная - для веществ с температурой плавления ниже 80°C.

### **Примечания.**

1. Стекланные трубки, из которых вытягивают капилляры, должны быть вымыты и высушены.

2. При приготовлении раствора калия сульфата в серной кислоте концентрированной смесь кипятят в течение 5 мин при энергичном перемешивании. При недостаточном перемешивании могут образоваться 2 слоя, в результате чего может произойти закипание смеси, приводящее к взрыву.

**Прибор 3.** Прибор для определения температуры плавления с диапазоном измерений в пределах от 20 до 360°C с электрическим обогревом типа ПТП или типа ПТП-М (рис. 1) с диапазоном измерений в пределах от 20 до 340°C.

Составными частями прибора являются:

- основание со щитком управления и номограммой;

- стеклянный блок-нагреватель, обогрев которого осуществляется константановой проволокой, навитой бифилярно;

- оптическое приспособление;

- приспособление для установки термометра;

- приспособление для установки капилляров;

- термометр укороченный с ценой деления 0,5°C;

- источник нагрева (электрический обогрев);

- капилляры длиной 20 см для прибора типа ПТП; капилляры длиной 8 см для прибора типа ПТП-М.

Принцип действия прибора основан на температурном воздействии на исследуемые вещества в вертикально установленных капиллярах, запаянных с нижнего конца.

Допускается применение других приборов, использующих капиллярный метод, если точность и правильность измерений будут не хуже, чем в случае применения приборов, описанных выше.

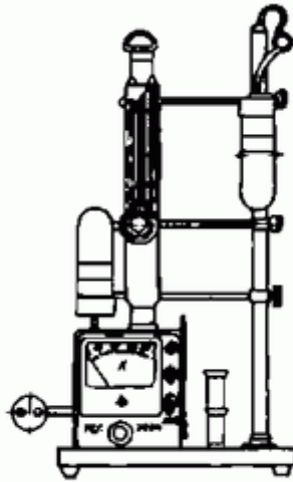


Рисунок 1– Прибор ПТТ-М для определения температуры плавления

**Методика.** Если нет других указаний в фармакопейной статье, тонкоизмельченное в порошок вещество сушат или при температуре от 100 до 105°C в течение 2 ч или в эксикаторе над серной кислотой в течение 24 ч, или в вакууме над безводным силикагелем в течение 24 ч.

Достаточное количество вещества помещают в капилляр до получения уплотненного столбика высотой около 5 мм. Необходимое уплотнение вещества при заполнении капилляра можно получить, если его несколько раз бросить запаянным концом вниз в стеклянную трубку длиной 0,5 - 1,0 м, поставленную вертикально на стекло. Капилляр с веществом сохраняют до начала определения в эксикаторе.

Повышают температуру в бане (приборе). При температуре приблизительно на 10°C ниже предполагаемой температуры плавления регулируют нагрев прибора так, чтобы скорость подъема температуры на протяжении всего испытания составляла около 1°C в мин. Когда температура достигнет значения на 5 - 10°C ниже предполагаемой температуры плавления, капилляр с веществом прикрепляют к термометру так, чтобы его запаянный конец находился на уровне центра шарика термометра, и помещают в прибор.

Продолжают нагревание со скоростью:

- для устойчивых при нагревании веществ при определении температуры плавления ниже 100°C - со скоростью от 0,5 до 1,0°C в 1 мин;
- при определении температуры плавления от 100 до 150°C - от 1,0 до 1,5°C в 1 мин;
- при определении температуры плавления выше 150°C - от 1,5 до 2,0°C в 1 мин;
- для неустойчивых при нагревании веществ от 2,5 до 3,5°C в 1 мин.

Отмечают температуру, при которой последняя твердая частичка перейдет в жидкую фазу.

Проводят не менее двух определений. За температуру плавления принимают среднее арифметическое значение нескольких определений, проведенных в одинаковых условиях и отличающихся друг от друга не более чем на 1°C.

**Примечание.** Во время определения температуры плавления колба и пробирка должны быть открыты.

## 2. Открытый капиллярный метод

Используют стеклянный капилляр, открытый с обоих концов, длиной около 80 мм, наружным диаметром от 1,4 до 1,5 мм и внутренним диаметром от 1,0 до 1,2 мм.

Вещество, предварительно подготовленное, как указано в фармакопейной статье, помещают в каждый из 5 капилляров в количестве, достаточном для формирования в каждом капилляре столбика высотой около 10 мм. Капилляры оставляют на определенное время при температуре, указанной в фармакопейной статье.

Прикрепляют один из капилляров к термометру с ценой деления  $0,2^{\circ}\text{C}$  таким образом, чтобы вещество находилось около шарика термометра.

Термометр с прикрепленным капилляром помещают в стакан таким образом, чтобы расстояние между дном стакана и нижней частью шарика термометра составляло 1 см. Стакан наполняют водой до высоты слоя 5 см.

Повышают температуру воды со скоростью  $1^{\circ}\text{C}$  в мин.

За температуру плавления принимают температуру, при которой вещество начинает подниматься по капилляру. В тех случаях, когда столбик вещества не поднимается в капилляре, за температуру плавления принимают температуру, при которой столбик вещества в капилляре становится прозрачным.

Повторяют эту операцию с 4 другими капиллярами и рассчитывают результат как среднее арифметическое из 5 значений. Расхождение между всеми значениями не должно превышать  $1^{\circ}\text{C}$ .

### 3. Метод мгновенного плавления

**Прибор.** Прибор состоит из металлического блока, изготовленного из материала, обладающего высокой теплопроводностью и не взаимодействующего с испытуемым веществом, например, из латуни. Верхняя поверхность блока должна быть плоской и тщательно отполированной. Блок равномерно нагревают по всей массе газовой горелкой с микрорегулировкой или электрическим нагревателем с тонкой регулировкой. Блок имеет достаточно широкую цилиндрическую полость для размещения термометра, столбик ртути которого должен находиться в одном и том же положении, как при калибровке, так и при определении температуры плавления испытуемого вещества. Цилиндрическая полость размещена параллельно отполированной верхней поверхности блока на расстоянии около 3 мм от нее.

**Методика.** Блок быстро нагревают до температуры, которая на  $10^{\circ}\text{C}$  ниже предполагаемой температуры плавления, и затем устанавливают скорость нагрева около  $1^{\circ}\text{C}$  в минуту. Несколько частичек тонкоизмельченного в порошок вещества, высушенного в вакууме над безводным силикагелем в течение 24 ч, бросают через равные промежутки времени на поверхность блока в непосредственной близости от шарика термометра, очищая поверхность после каждого испытания.

Записывают температуру  $t_1$ , при которой вещество плавится мгновенно при соприкосновении с металлом. Останавливают нагрев. Во время охлаждения через равные промежутки времени бросают несколько частичек вещества на поверхность блока, очищая ее после каждого испытания.

Записывают температуру  $t_2$ , при которой вещество прекращает мгновенно плавиться при соприкосновении с металлом.

Температуру плавления ( $T_{\text{пл}}$ ) рассчитывают по формуле:

$$T_{\text{пл}} = \frac{t_1 + t_2}{2}$$

где  $t_1$  - первое значение температуры;

$t_2$  - второе значение температуры.

## 4. Метод каплепадения

В данном методе определяют температуру, при которой в условиях, приведенных ниже, первая капля расплавленного испытуемого вещества падает из чашечки.

**Прибор.** Прибор состоит из двух металлических гильз (А и Б), соединенных посредством резьбы. Гильза (А) прикреплена к ртутному термометру. В нижней части гильзы (Б) с помощью двух уплотнителей (Г) свободно закреплена металлическая чашечка (Д). Точное положение чашечки определяется фиксаторами (Е) длиной 2 мм, которые используются также для центровки термометра. Отверстие (В) в стенке гильзы (Б) предназначено для выравнивания давления. Отводящая поверхность чашечки должна быть плоской, а края выходного отверстия расположены под прямым углом к поверхности. Нижняя часть ртутного термометра имеет форму и размер, как показано на рис. 2. Термометр градуирован от 0 до 110°C и расстояние на шкале в 1 мм соответствует разности температур в 1°C. Ртутный шарик термометра имеет диаметр  $(3,5 \pm 0,2)$  мм и высоту  $(6,0 \pm 0,3)$  мм.

Прибор устанавливают по оси пробирки длиной около 200 мм и наружным диаметром около 40 мм.

Прибор прикрепляют к пробирке с помощью пробки, в которую вставлен термометр и которая имеет боковую прорезь. Отверстие чашечки должно находиться на расстоянии около 15 мм от дна пробирки. Все устройство погружают в стакан вместимостью около 1 л, заполненный водой. Дно пробирки должно находиться на расстоянии около 25 мм от дна стакана. Уровень воды должен достигать верхней части гильзы (А). Для равномерного распределения температуры в стакане используют мешалку.

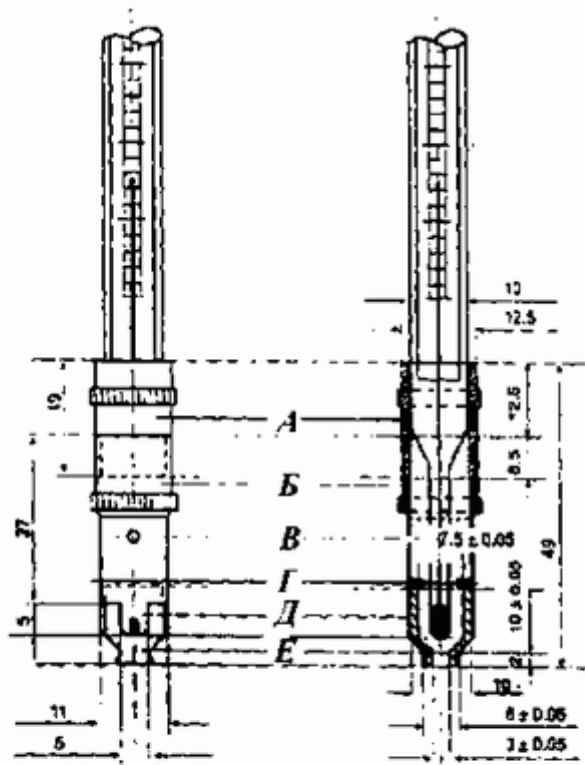


Рисунок 2 – Прибор для определения температуры каплепадения.  
*Размеры приведены в мм*

**Методика.** Заполняют чашечку до краев нерасплавленным испытуемым веществом, если нет других указаний в фармакопейной статье. Избыток вещества удаляют с обеих сторон шпателем. После соединения гильз (А) и (Б) проталкивают чашечку внутрь на ее место в гильзе (Б) до упора. Удаляют шпателем вещество, выдавленное термометром. Прибор помещают на водяную баню, как описано выше. Водяную баню нагревают до температуры примерно на 10°C ниже предполагаемой температуры плавления и устанавливают скорость нагрева около 1°C в минуту. Отмечают температуру падения первой капли. Проводят не менее трех определений, каждый раз с новым образцом вещества. Разность между показаниями не должна превышать 3°C. Рассчитывают среднее арифметическое из полученных значений.