

含石膏固体制剂中水分测定方法研究

吴明侠¹, 梁生旺¹, 杨庆胜², 靳敏², 张京健²

(1 河南中医学院, 河南 郑州 450008; 2 河南仲景药业股份有限公司, 河南 郑州 450001)

摘要:目的: 对半月清散剂中石膏的水分测定方法进行了研究。方法: 分别采用烘干法和甲苯法对其中水分进行测定。结果: 按烘干法测定 100℃含水量为 8.82%, 105℃含水量为 11.04%, 甲苯法测定含水量为 11.17%。结论: 对石膏中水分测定以甲苯法较为适宜。

关键词: 半月清散剂; 石膏; 水分测定

中图分类号: R284.1 **文献标识码:** B **文章编号:** 1005-9903(2005)02-0005-02

有些固体制剂中含有石膏原粉, 根据中国药典要求, 需对其进行水分测定。石膏为一常用中药, 生石膏为 CaSO_4 的二水合物 ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 加热可脱去部分水生成半水合物, 而称煅石膏 ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$)^[1]。含石膏的制剂在进行水分测定时对温度比较敏感, 关于生石膏加热变成煅石膏的温度, 资料上记载从 108℃~ 150℃不等^[1]。当制剂中石膏含量较高时, 水分主要由两部分组成, 即样品表面吸附水及生石膏的结晶水。不含挥发性成分的药物采用烘干法进行水分测定, 当制剂中含挥发性成分时采用甲苯法测定。由于石膏中含有结晶水, 这两种水分测定方法测定温度不同, 石膏中失水率亦不相同。半月清由生石膏、丁香等组成, 其中生石膏含量较高, 并含有丁香等挥发性药物, 应采用甲苯法测定水分, 但研究发现, 甲苯法比烘干法水分含量偏高, 为此我们进行了系统的实验, 现报道如下:

1 仪器与试剂

JY-160A 型霉菌培养箱(上海康乐光电仪器厂); WMNK-20 数字温度控制仪(0~ 50℃)(上海医用仪器厂); 101-2 型电热恒温鼓风干燥箱(上海跃进医疗器械厂); 水分测定仪。

半月清(市售品); 石膏 1, 粉碎后 60℃干燥 8h, 备用; 石膏 2, 粉碎后, 备用。

2 水分测定方法^[2]与结果

2.1 甲苯法 分别取石膏 1、石膏 2 各 10g, 半月清样品及阴性对照品(缺石膏)各 15g, 精密称定, 加甲

苯约 200mL, 待甲苯开始沸腾时, 调节温度, 使每秒馏出 2 滴。待水分完全馏出, 及测定管刻度部分水量不再增加时, 将冷凝管内部先用甲苯冲洗, 再用饱蘸甲苯的长刷或其它适宜的方法, 将管壁上附着的甲苯推下, 继续蒸馏 5min, 放冷至室温, 使水分与甲苯完全分离。检读水量, 并计算成供试品中含有水分的百分数。

2.2 烘干法 分别取石膏 1、石膏 2 各 10g, 半月清样品及阴性对照品(缺石膏)各 15g, 平铺于干燥至恒重的扁形称瓶中, 厚度不超过 5mm, 精密称定, 打开瓶盖在 100~ 105℃干燥 5h, 将瓶盖盖好, 移置干燥器中, 冷却 30min, 精密称定重量, 再在上述温度干燥 1h, 冷却, 称量, 至连续两次称重的差异不超过 5mg 为止。根据减失的重量, 计算供试品中含有水分的百分数。

2.3 测定结果 采用上述测定方法, 结果见表 1。

3 讨论

石膏为 CaSO_4 的二水合物 ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 加热可脱去部分水生成半水合物, 而称煅石膏: $2\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 2\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O} + 3\text{H}_2\text{O}$ 从实验结果可见, 生石膏中含水量对温度特别敏感, 100~ 110℃有一个突跃范围, 《药典》中规定的烘干法温度 100~ 105℃正好在此突跃范围之内, 温度略有波动, 对水分含量影响较大。当温度升至 155℃时, 几乎全部失去水分, 100℃时失水率为 75.42~ 75.61%, 105℃时失水率为 93.32~ 93.87%, 110℃时失水率为 95.46~ 97.02%, 而甲苯法测定石膏中水分相当于失去 93.67~ 94.92%。由于其甲苯溶液温度为 110℃, 故失水率高于烘干法 75.42~ 93.87% 的失水率, 这也许是甲苯法测定水分含量高于烘干法含量的一个重

表 1 生石膏、样品及阴性样品中水分测定(%)

测定方法	温度 ($^{\circ}\text{C} \pm 1$)	水分				样品	阴性样品
		石膏 1	失水率 ²⁾	石膏 2	失水率		
烘干法	100	13.70	75.61	15.62	75.42	8.82	6.11
	102	14.84	81.90	17.25	83.29	9.01	6.45
	105	16.91	93.32	19.44	93.87	11.04	6.73
	110	17.58	97.02	19.77	95.46	11.08	7.75
	115	17.65	97.41	19.98	96.48	11.76	7.81
	120	17.66	97.46	20.01	96.62	11.98	7.83
	125	17.84	98.45	20.04	96.76	12.07	7.85
	130	17.86	98.57	20.11	97.10	12.51	8.09
	135	17.93	98.95	20.35	98.26	13.02	9.56
	140	17.95	99.06	20.53	99.13	13.32	9.73
	145	17.96	99.12	20.55	99.23		
	150	18.04	99.56	20.65	99.71		
	155	18.11	99.94	20.69	99.90		
	160	18.12	100	20.71	100		
	165	18.12	100	20.71	100		
甲苯法	110 ¹⁾	17.20	94.92	19.40	93.67	11.17	4.98

1) 甲苯法温度为样品加入甲苯溶液后沸腾时温度。

2) 失水率为该温度下含水量与 160 $^{\circ}\text{C}$ 含水量之比。

要原因。

样品中若全为生石膏, 则其理论含水量可按下列公式计算: 样品中生石膏所占百分数 \times 该温度下石膏所测得含水量 + 样品中其它成分所占百分数 \times 该温度下阴性样品含水量。由此可知, 按烘干法测定 105 $^{\circ}\text{C}$ 理论含水量为 11.17%, 100 $^{\circ}\text{C}$ 理论含水量为 9.42%; 若按甲苯法测定, 理论含水量为 10.31%, 实测样品含水量烘干法 100 $^{\circ}\text{C}$ 为 8.82%, 105 $^{\circ}\text{C}$ 为 11.04%, 甲苯法为 11.17%。为了避免烘干法因温度波动而引起较大的误差, 建议采用甲苯法测定, 含水量暂定为不得高于 12.0%。

参考文献:

- [1] 张世臣. 中药炮制学[M]. 贵州: 贵州人民出版社, 1991. 422.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2000. 附录 IX.