

## 卡式炉应用报告 AB-CN(CD)-00007-04-885-032014

## 卡氏炉法测定药品中的水分

## 应用领域

制药行业

## 关键词

库仑法；885；899；药品；水分

## 摘要

采用 899 和 885 测定药品中的水分

## 样品

| 样品序号 | 样品名称  | 性状   |
|------|-------|------|
| 1#   | 药品名未知 | 白色粉末 |
| 2#   | 地奥司明  | 黄色粉末 |

## 仪器



|                |            |
|----------------|------------|
| 899 Coulometer | 2.899.0010 |
|----------------|------------|

|                     |            |
|---------------------|------------|
| 885 Compact Oven SC | 1.885.0010 |
|---------------------|------------|

## 试剂

|     |                    |
|-----|--------------------|
| 阳极液 | 34739-500ml, Fluka |
| 阴极液 | 34840-50ml, Fluka  |

## 样品预处理

分别称取一定量样品 1#、2#于样品瓶中并密封，将密封好的样品瓶放置于 885 样品架上准备测试。

## 仪器参数

## 885 参数

|             |          |
|-------------|----------|
| Temperature | 105°C    |
| Flow rate   | 70ml/min |

## 852 参数：

|                     |           |
|---------------------|-----------|
| Start drift         | 20ug/min  |
| Extraction time     | 300s      |
| Stop criterion      | rel.drift |
| Relative stop drift | 5ug/min   |
| Drift correction    | auto      |

## 计算公式

$$\text{药品水分} = ( \text{'KFC.EP.QTY'} - \text{'CV.oven blank'} ) / \text{'MV.sample size'}$$

'KFC.EP.QTY'代表终点时的水分，以 ug 为单位

'CV.oven blank'代表空白，以 ug 为单位

'MV.sample size' 代表样品量，以 g 为单位

## 报告人

岳寰

## 日期

2014-03-12

## 数据结果:

| 序号      | 样品 ID   | 样品量 ( g ) | 结果 ( ug ) | 结果 ( 扣除空白 ) % |
|---------|---------|-----------|-----------|---------------|
| 1       | Blank 1 | --        | 72.4      | 平均值 73.3 ug   |
| 2       | Blank 2 | --        | 75.7      |               |
| 3       | Blank 3 | --        | 71.8      |               |
| 4       | 药品 1#-1 | 0.0243    | 818.9     | 3.07          |
| 5       | 药品 1#-2 | 0.0224    | 711.2     | 2.85          |
| 6       | 药品 1#-3 | 0.0307    | 994.1     | 3.00          |
| Average |         |           |           | <b>2.97</b>   |
| 7       | 药品 2#-1 | 0.1139    | 3794.7    | 3.27          |
| 8       | 药品 2#-2 | 0.0949    | 3113.4    | 3.20          |
| Average |         |           |           | <b>3.24</b>   |

## 结果讨论:

1. 选择合适的样品量对实验来说很重要，卡式炉默认一个样品在 30min 内测定完成，太大的样品量可能会导致设备在实验未到终点时就停止测定。因而库仑法最佳测量范围在 500-2000  $\mu\text{g}$  的绝对水量，通过计算得出需称量的样品质量。
  2. 将样品瓶预先在 105°C 烘干 2h，做出的空白值平行性较好，这时该实验中的空白就主要来源于样品瓶中封装的空气的水分。
  3. 药品 1#为白色粉末呈晶体状，不溶于甲醇、乙醇、异丙醇、氯仿，只能用卡式炉 858 结合 899 测试。
  4. 药品 2#为黄色粉末，分散于甲醇/二甲基亚砶混合溶液中（1：1），不能完全溶解，呈絮状分布。
- 容量法 870 测试结果如下：

|         | m ( g ) | V ( mL ) | 水分 ( % )    |
|---------|---------|----------|-------------|
| 1       | 0.3579  | 1.2360   | 1.51        |
| 2       | 0.2717  | 0.9160   | 1.47        |
| 3       | 0.3237  | 1.0800   | 1.45        |
| Average |         |          | <b>1.48</b> |
| RSD%    |         |          | <b>2.07</b> |

**说明：**与卡式炉 858 结合 899 测试方法比较，结果差异较大，分析认为容量法仅能测得粉末样品中的游离水，并不能测试样品中的结合水，所以 858+899 的方法对于该样品测试更加准确。由于样品称样量太小且样品水分分布不均匀，平行测试精密度欠佳。