

料体积剧增,搅拌桶容纳不了而从加料口外溢。

### 1.2 水分受热蒸发气化使体积膨胀

水分主要来自于原材料运输保管不善,橡胶清洗或成粒后未能彻底烘干,以及生产中松香和氧化锌作用生成锌盐和水,即  $2C_{19}H_{29}COOH + ZnO \rightarrow (C_{19}H_{29}CO)_2Zn + H_2O$ 。即使前两者严格把关,若生产一搅拌桶的胶浆,需投入一级松香[酸值 164 (mgKOH/g)松香酸含量为 89.9%]60kg,则最少能生成水 1.6kg。因水受热蒸发气化,气体分子一时难破胶膜逸出,形成无数小气泡,使混合料体积膨胀。

综上所述,仅 1% 溶剂汽油及生产中产生的水,理论推论表明:在 60℃ 时体积和可达 3.06M<sup>3</sup>。而桶内混合料体积一般为 1.04M<sup>3</sup>。显然液体气化蒸发,造成胶料体积猛增约 4 倍,是导致“跑料”的直接原因。

因实际生产中,搅拌而使气化所形成的大量小气泡膜破裂而不断向外逸散,因而体积的增大

较理论值大为减少,仅在混合料温度较高及加料速度较快时易发生“跑料”,尤其是在夏季。

## 2 控制“跑料”的技术措施

### 2.1 控制水分

主要是改善原材料运输、保管条件,防止水份的浸入;橡胶清洗或成粒后水分一定要烘干,并待完全冷却后再投料。

### 2.2 控制温度

控制搅拌速度,一般为 80-90r/min。当桶内温度达 60℃ 以上时,立即开启冷却水,在加入松香前一小时左右,减慢车速,同时加入一定量的溶剂汽油,使混合料降温。投入固态松香后的一段时间内保持慢速(50-60r/min),加入熔化的混合油脂,再增速(70-80r/min)至搅拌结束。

### 2.3 控制投料量

投料量应使打胶桶内留有足够的空间,在不影响生产任务的前提下,适当控制一次混合投料量,确保生产的安全性。

## 中药蜜丸水分测定几种方法的比较

叶久之<sup>1</sup>, 朱红宏<sup>2</sup>, 杨一川<sup>3</sup>

(1. 江西省药品检验所,江西 南昌 330046; 2. 国家药典委员会,北京 100061; 3. 江西省公费医疗门诊部,江西 南昌 330046)

关键词:减压干燥恒重法;甲苯法;水分测定

中图分类号:R944.5

文献标识码:B

文章编号:1001-1528(2000)07-0522-02

《中国药典》(1995,一部)对丸剂中所含水分的限度有明确规定,大、小蜜丸不得超过 15%,对于含挥发性成分的蜜丸多采用甲苯法测其水分<sup>[1]</sup>,该法操作繁琐,需加热进行,所测样品取样量大,对含有贵重药品的蜜丸尤为不适,而当蜜丸中即含有挥发性成分又含有带结晶水的矿物药时,甲苯法测出的水分往往大于实际含水量<sup>[2]</sup>,尤其是所用试剂甲苯有剧毒,每次实验消耗约 200ml,给操作者的身体带来危害;按药典中有关规定,减压干燥法可用于含挥发性成分的贵重药品的水分测定,其操作过程相对简便,室温条件下即可进行,对于不含挥发性成分的

丸剂亦可适用,且取样量少,但实验结果往往偏低,因此笔者对减压干燥法测其水分进行了改进,认为减压干燥恒重法能够排除干扰因素,具有广泛的适用性。为了比较这 3 种方法之间的相关性,我们选用了 16 批蜜丸,用不同的方法同时测定水分含量。

### 1 材料

1.1 样品:明目地黄丸、归脾丸、柏子养心丸、十全大补丸、乌鸡白凤丸、健脾丸、小活络丸,由江西国药制药有限公司提供。

1.2 仪器:自动电子天平、减压干燥器、减压真空泵、电热套。

收稿日期:1999-05-30

作者简介:叶久之(1957~),女,浙江东阳市人,副主任药师,现从事药品分析检验及管理工作。E-mail:jxyjs@public.nc.jx.cn

电话:0791-6227872

1.3 甲苯、五氧化二磷。

2 方法

2.1 甲苯法(I)测定<sup>[1]</sup>:取供试品切成小块,称取27~36g,精密称定,加甲苯适量,调节温度,回流,待水分完全馏出后,读出水分毫升数,计算供试品中水分的百分含量。

2.2 减压干燥法(II)测定<sup>[2,3]</sup>:提取供试品切成小块,称取4~6g,精密称定,置已恒重的称量瓶中,放在装有五氧化二磷的真空干燥器中,抽真空(2.67KPa, 20mmHg, 30min)后,放置,干燥24h,缓缓放气,精密称定,根据减失重量法,计算供试品中水分的含量。

2.3 减压干燥恒重法(III)测定:取供试品切成小块,照上述减压干燥法测定,至“放置,干燥24h”之后恒重,精密称定,根据减失的重量,计算供试品中水分的含量。

2.4 实验结果

将实验所得的含水量,用数理统计的方法进行分析,结果见表1、表2。

表1 甲苯法(I)、减压干燥法(II)、减压干燥恒重法(III)测定不同蜜丸中水分含量表

编号	样品名称	编号	(I)法测得水分%	(II)法测得水分%	(III)法测得水分%
1	明目地黄丸	9801024	8.7	1.0	2.5
2	明目地黄丸	9801025	9.5	2.3	3.7
3	明目地黄丸	9801026	9.3	2.1	3.6
4	明目地黄丸	9801382	9.4	2.4	3.8
5	归脾丸	9802071	10.3	1.6	3.1
6	归脾丸	9802072	11.0	2.3	3.8
7	归脾丸	9802073	10.4	2.7	4.2
8	归脾丸	9802074	12.0	3.2	4.6
9	乌鸡白凤丸	9803053	13.5	3.5	5.0
10	乌鸡白凤丸	9803065	14.7	7.0	8.4
11	健脾丸	9810305	13.4	3.3	4.8
12	健脾丸	9810306	12.5	2.9	4.4
13	小活络丸	9801002	13.1	3.4	4.9
14	小活络丸	9801003	13.1	5.9	7.3
15	柏子养心丸	9809279	11.2	5.3	7.1
16	十全大补丸	9809309	11.6	5.6	7.4
	组内和		183.7	54.5	78.6
	组内平均		11.5	3.4	4.9
	组内极差		6	6	5.9
	组内总和		316.8		
	总平均		316.8/48=6.6		

表2 方差分析表

方差来源	自由度	离差平方和	方差	F值	F <sub>(1-0.1)</sub>	结果
组间	2	590	295	114	5.12	具显著性
组内	30	116.4	2.587			

根据上述统计结果表明:甲苯法、减压干燥法及减压干燥恒重法之间具显著性差异。

3 讨论

3.1 从实验结果得出,用甲苯法所测的蜜丸水分含量,虽然均在《中国药典》(1995)一部所规定的合格范围内,但与其他二法相比,水分偏高,其原因为甲苯法所用的试剂在测定水分之前要用水饱和,目的是避免蜜丸中的水分进入甲苯中,至使结果低于实际含水量。在实际操作中,甲苯或因长时间加热,或因电压不稳等因素影响,其饱和的水分子可能因受热过久,或不均匀而重新脱出,造成测定结果偏高。

3.2 减压干燥法与甲苯法所得的结果相反,往往会偏低,其原因是药典只规定了减压至2.67KPa以下持续0.5h,再室温放置24h,并未强调需要干燥至恒重,这可能会造成干燥不完全致使结果偏低。

3.3 减压干燥恒重法是参照《中国药典》(1995)一部所规定的减压干燥法的操作步骤增加干燥次数直至恒重所得的结果,实验表明,所测的水分均比减压干燥法的高,认为样品恒重后,干燥完全,即真实地反映了蜜丸中所含有的实际水分。

因此,我们认为,减压干燥恒重法用于测定蜜丸的水分含量简便易行,结果可靠,特别是对边缘产品,即可避免甲苯法因加热时间过长和操作误差所造成的水分偏高,又能防止减压干燥法干燥不完全而造成的结果偏低,减压干燥恒重法可作为控制蜜丸中水分含量的检测方法予以推广。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国药典(一部)[S]. 1995,附录:54.
- [2] 张泰来,王学娟.关于甲苯法测定中成药水分的探讨[J].中草药,1991,22(2):69
- [3] 曹光波,张淑娴.应用恒温减压干燥法测定中成药中水分[J].中草药,1983,14(7):42

# 中药蜜丸水分测定几种方法的比较

作者: [叶久之](#), [朱红宏](#), [杨一川](#)  
作者单位: [叶久之\(江西省药品检验所, 江西, 南昌, 330046\)](#), [朱红宏\(国家药典委员会, 北京, 100061\)](#),  
[杨一川\(江西省公费医疗门诊部, 江西, 南昌, 330046\)](#)  
刊名: [中成药](#) PKU  
英文刊名: [CHINESE TRADITIONAL PATENT MEDICINE](#)  
年, 卷(期): 2000, 22(7)  
被引用次数: 7次

## 参考文献(3条)

1. [曹光波;张淑娴](#) [应用恒温减压干燥法测定中成药中水分](#) 1983(07)
2. [张泰来;王学娟](#) [关于甲苯法测定中成药水分的探讨](#) 1991(02)
3. [中华人民共和国药典\(一部\)](#) 1995

## 引证文献(7条)

1. [PEG6000为载体的熊果酸固体分散体水分测定的研究](#)[期刊论文]-[海峡药学](#) 2009(10)
2. [余俊](#) [关于《中国药典》一部水分测定法的建议](#)[期刊论文]-[中国药品标准](#) 2009(3)
3. [李锐;陆雪芳;骆海春](#) [卡氏滴定法测定生化丸中的水分](#)[期刊论文]-[时珍国医国药](#) 2006(10)
4. [唐小辉](#) [院制补血生发丸的溶散时限及水份含量的最佳工艺条件控制](#)[期刊论文]-[南华大学学报\(医学版\)](#) 2006(1)
5. [白凤翎](#) [应用减压干燥法测定十三香中水分的研究](#)[期刊论文]-[中国调味品](#) 2004(11)
6. [白凤翎;王宝印](#) [应用减压干燥法测定十三香中水分研究](#)[期刊论文]-[食品研究与开发](#) 2004(5)
7. [何德云;王艳丽;杜建红](#) [中药制剂水份测定二法比较](#)[期刊论文]-[西南国防医药](#) 2002(4)

本文链接: [http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical\\_zhongcy200007029.aspx](http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zhongcy200007029.aspx)