

自动熔点仪法检测熊去氧胆酸的熔点

1 前言

熊去氧胆酸在医学上用于增加胆汁分泌，降低胆固醇，促进胆结石中的胆固醇逐渐溶解。也用于治疗胆汁淤积性肝病、脂肪肝、各种肝炎、中毒性肝障碍，胆囊炎等疾病。在 2015 版药典中要求其熔点范围为 200~204℃，本文按照药典中的方法进行测定，测得其熔点为 202.60℃，在其规定范围内。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

MP490 全自动视频熔点仪、毛细管、长玻璃管

2.2 试剂

熊去氧胆酸样品、鼓风干燥箱



3 实验方法

3.1 样品制备

熊去氧胆酸样品于 120℃在鼓风干燥箱烘干 2h，经研磨后装入毛细管中，高度约 3-5mm 左右，用长玻璃管颠实。

3.2 实验过程

机器开机后设置温度 300℃预热半小时，以赶走样品室中的湿气。设置合适的参数后进行实验，记录结果。

3.3 仪器参数设定

升温速率	1°C/min
起始温度	195°C
终止温度	210°C
曲线时间	15min

4 结果与讨论

4.1 实验结果

测量模式	初熔温度(°C)	平均初熔(°C)	终熔温度(°C)	平均终熔(°C)
手动测量	201.15	201.18	202.35	202.30
	201.25		202.24	
	201.19		202.23	
	201.11		202.37	

4.2 结论

用全自动视频熔点仪检测熊去氧胆酸的熔点时，因样品熔融分解产生大量气泡上升，仪器无法自动判别终点，需要使用手动测量模式进行测定。测试结果的判定参考药典中熔融分解样品判断依据，以样品开始产生气泡上升为终熔点。

参考文献

[1]中华人民共和国药典[M]. 二部. 北京: 化学工业出版社, 2015:1510.

注意事项

测试前样品装样一定要颠实。为保证重复性，同一批样品装样高度保持一致。