

卡尔费休法测定舒胆胶囊的水分含量

1 前言

舒胆胶囊是一种主要用于胆囊炎、胆管炎、胆道术后感染及胆道结石的一种药物。其水分含量是生产过程中的一个检验指标，因此在出厂前，需要进行水分检测，过低和过高都不合格。该方案用 T930 全自动水分测定仪进行样品测试，这种方法改变了以往用甲苯法测试样品带来的危险性，而且可以在 3-5 分钟完成一个样品的检测，不仅能加速实验进度，而且能有效解决有毒试剂危险带来的问题。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T930 全自动水分测定仪、双铂电极、5mL 滴定管单元。

2.2 试剂

卡尔费休滴定剂、无水甲醇。

3 实验方法

3.1 实验步骤

(1) 准备过程:

把胶囊中的外皮去掉，便于取样测试。

(2) 测试过程

通过水分测定仪排液装置，排除残液，加入溶剂甲醇 40mL 于滴定杯中，溶剂需要没过电极，设置好参数后，仪器开始预滴定，待仪器处于待机状态时，点击系统进样，打开加料口橡胶塞，用注射器根据样品消耗滴定液的体积选择进样量，迅速加入试样（0.2g 左右），

立即盖好橡胶塞，点击开始测定，用卡尔费休滴定剂滴定至终点，输入样品的称样量，计算样品的水分含量。

3.2 参数设置

搅拌速度	35%
终点：	150mv
控制区：	240mv
漂移值：	50ug/min
混合时间：	180s
终止类型：	相对漂移终止
最大加液速率：	5mL/min
最小加液速率：	80uL/min

3.3 计算公式：

$$X = \frac{V \times T}{m \times 10}$$

式中：

X --为样品水分含量（%）；

V₁ --为滴定样品时消耗的滴定液体积（mL）；

m --为样品称样量（g）；

T --为滴定液的浓度（mg/mL）。

4 结果与讨论

4.1 实验结果

样品编号	滴定液浓度 (mol/L)	取样量 (g)	滴定体积 (mL)	水分含量 (%)	平均水分含 量 (%)	RSD (%)
1	2.775	0.20588	2.016	2.6977	2.6248	3.4859
2		0.20342	1.960	2.6545		
3		0.16090	1.473	2.5221		

4.3 实验结论

用 T930 全自动水分仪测定该类药品的水分，结果是不仅加速了样品测试的速度，而且能有效避免了接触有毒试剂甲苯的危害，且测试的含水量小于等于 6.5%，重复性较好。