



隨身課堂

《药物分析与检验技术》

模块四 药物杂质检查

---干燥失重、炽灼残渣检查

药学院 邓礼荷老师



熟悉干燥失重和炽灼残渣等一般杂质的
检查原理和方法。



六、干燥失重测定法

干燥失重是指药物在规定条件下经干燥后所减失的重量，主要是水分，也包括其它挥发性物质。

常用的干燥方法：



六、干燥失重测定法

(一) 常压恒温干燥法

将供试品置**相同条件**已干燥至恒重的扁形称量瓶中，精密称定，于干燥箱内在规定温度下干燥至**恒重**，从减失的重量和取样量计算供试品的干燥失重。

恒重：是指供试品连续两次干燥或炽灼后的重量差异在**0.3mg**以下。



六、干燥失重测定法

(一) 常压恒温干燥法

常压恒温干燥法适用于受热较稳定的药物,干燥温度一般为 105°C .干燥时间一般在达到温度指定温度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 干燥2~4小时

第二次及以后各次称重均应在规定条件下继续干燥1h后进行。



例：葡萄糖的干燥失重测定

干燥失重 取本品，在**105 °C**干燥至恒重，减失重量不得过**9.5 %**（《中国药典》2020年版四部通则0831）。

取洗净的扁平形**称量瓶两只**，连同敞开的瓶盖在**105°C**干燥**3h**后，冷却30min,精密称其重量。用同样的方法继续干燥**1h**后，冷却30min,精密称其重量。

取葡萄糖**1.0g**,平铺在干燥至恒重的扁平形称量瓶中，精密称其重量。在**105°C**干燥**3h**后，冷却30min,精密称其重量。用同样的方法继续干燥**1h**后，冷却30min,精密称其重量。



测量数据:

称量瓶重 (g)	(1)	(2)
第一次干燥 (3h)	17.8552	17.2538
第二次干燥 (1h)	17.8550 ←	17.2535
重量差	0.0002	0.0003

	(1)	(2)
称量瓶及样品重 (g)	18.8993 ←	18.2560
第一次干燥 (3h)	18.8504	18.2078
第二次干燥 (1h)	18.8502 ←	18.2077
重量差	0.0002	0.0001

$$\text{干燥失重}(\%) = \frac{\text{減失的重量}}{\text{样品量}} \times 100 \%$$



结果计算

• 干燥失重(%) $= \frac{\text{减失的重量}}{\text{样品量}} \times 100 \%$

(1) 干燥失重(%) $= \frac{18.8993 - 18.8502}{18.8993 - 17.8550} \times 100 \% = 4.7 \%$

(2) 干燥失重(%) $= \frac{18.2560 - 18.2077}{18.2560 - 17.2535} \times 100 \% = 4.8 \%$

结果:平均值:4.8%

结论:符合规定



六、干燥失重测定法

(二) 干燥剂干燥法

适用于受热易分解或挥发的供试品。

干燥剂：硅胶、浓硫酸、 P_2O_5 。

(三) 减压干燥法

适用于熔点低，受热不稳定或水分难赶除的药物。

除另有规定外，压力应在2.67kPa (20mmHg) 以下。



七、炽灼残渣检查法

检查不含金属的有机药物或挥发性无机药物中的**无机杂质**(金属氧化物或无机盐类)。

(一) 原理

样品炭化后 + H_2SO_4 湿润 $\rightarrow$ **700 ~ 800°C** 炽灼至恒重 $\rightarrow$ 炽灼残渣 (硫酸灰分)

限量一般为**0.1% ~ 0.2%**



七、炽灼残渣检查法

(二) 操作方法

样品+炽灼至恒重的坩埚→直火缓缓加热→
全部**变黑**、无烟雾→放冷+硫酸0.5~1.0ml, 直火加热→
硫酸蒸气除尽→700~800℃高温**灼烧**→残渣(恒重)

$$\text{炽灼残渣} \% = \frac{\text{残渣及坩埚重} - \text{空坩埚重}}{\text{供试品重}} \times 100\%$$

炽灼残渣限度为**0.1%~0.2%**



七、炽灼残渣检查法

(三) 注意事项

1. 若残渣需留作重金属检查，则 $500 \sim 600^{\circ}\text{C}$ 炽灼至恒重。
2. 加**硫酸**处理是使杂质转化为稳定的硫酸盐，并帮助有机物炭化。
3. 高温炽灼前务必要**除尽硫酸**，硫酸蒸汽会腐蚀高温炉，造成漏电事故。



1. 炽灼残渣检查法加热恒重的温度为 C

- A. 500 ~ 600°C B. 600 ~ 700°C C. 700 ~ 800°C
D. 800 ~ 1000°C E. 1000 ~ 1200°C

2. 炽灼残渣检查，残渣需作重金属检查，炽灼温度应为 A

- A. 500 ~ 600°C B. 600 ~ 700°C C. 700 ~ 800°C
D. 800 ~ 1000°C E. 1000 ~ 1200°C

3. 炽灼残渣的限量一般为 E

- A. 1% B. 0.5% ~ 1% C. 0.4% ~ 0.5% D. 0.2% ~ 0.3%
E. 0.1% ~ 0.2%





隨身課堂

《药物分析与检验技术》

模块四 药物杂质检查

---干燥失重、炽灼残渣检查

敬请关注下一节内容

溶液颜色、澄清度检查

