

附件：滴点测定法公示稿

滴点测定法

- 1 滴点系指在规定条件下供试品受热达到一定流动性时的最低温度。
- 2 根据供试品的性质不同，测定法分为下列两种。各品种正文项下未注明时，均系指第一
- 3 法。
- 4 仪器装置 金属脂杯如图所示：由镀铬铜制成，宽口内径 9.64~10.16 mm，宽口外
- 5 径约 10.7mm，窄口内径 2.8~3.0mm，窄口外径约 4.8mm，杯高 12.0~12.2mm。

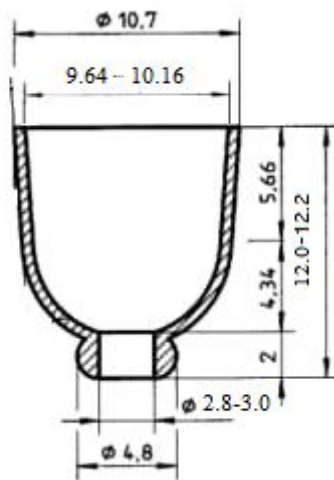


图 金属脂杯

- 8 传温液加热法：试管内径约 12mm，离底部约 20mm 外的圆周上有用来支撑脂杯的三个凹
- 9 槽。试管用一软木塞塞住，通过软木塞插入刻度为 0.1℃ 的温度计，温度计汞球的底端与金
- 10 属脂杯上表面紧紧贴附。试管垂直固定于盛有传温液（滴点在 80℃ 以下者，用水；滴点在
- 11 80℃ 以上者，用硅油或液状石蜡）的容器中。用另一根温度计控制容器中转温液温度。

第一法 测定易粉碎的固体药品

(1) 传温液加热法

- 14 取供试品适量，研成细粉，按照各品种正文项下干燥失重的条件进行干燥。若供试品为
- 15 不检查干燥失重、滴点范围低限在 135℃ 以上、受热不分解的供试品，一般采用 105℃ 干燥；
- 16 滴点在 135℃ 以下或受热分解的供试品，一般在五氧化二磷干燥器中干燥过夜或用其他适宜
- 17 的干燥方法干燥（如恒温减压干燥）。

- 18 分取经干燥处理的供试品适量，少量多次加至金属脂杯中，反复压实，用刀片向一个方
- 19 向把供试品表面削平，置滴点测定用干燥试管中；将传温液加热，温度上升至规定的滴点低
- 20 限约低 10℃ 时，垂直装入试管，继续加热，调节升温速率为每分钟上升 1.0~1.5℃，加热
- 21 时须不断搅拌使传温液温度保持均匀，记录熔化的供试品第一滴脱离金属脂杯时的温度，重
- 22 复测定 3 次，3 次测得的滴点相差不超过 1℃，取其平均值，即得。

(2) 电热块空气加热法

采用自动或半自动滴点仪。

分取经干燥处理[同 第一法(1)]的供试品适量,置滴点测定用金属脂杯[同 第一法(1)]中;将滴点仪加热块加热至规定的滴点低限约低 10℃时,将装有供试品的金属脂杯插入加热块中,继续加热,调节升温速率为每分钟上升 1.0-1.5℃,重复测定 3 次,3 次测得的滴点相差不超过 1℃,取其平均值,即得。

第二法 测定不易粉碎的固体药品或凡士林类物质

(1) 传温液加热法

按品种正文项下规定熔化供试品,并装置于金属脂杯中,放冷至品种正文项下规定的放置温度和时间后,用刀片向一个方向把供试品表面削平,置滴点测定用干燥试管中;将传温液加热,温度上升至规定的滴点低限约低 10℃时,垂直装入试管,继续加热,调节升温速率为每分钟上升 1.0-1.5℃,加热时须不断搅拌使传温液温度保持均匀,记录熔化的供试品第一滴脱离金属脂杯时的温度,重复测定 3 次,3 次测得的滴点相差不超过 1℃,取其平均值,即得。

(2) 电热块空气加热法

采用自动或半自动滴点仪。

分取经处理[同 第二法(1)]的供试品适量,置滴点测定用金属脂杯[同 第一法(1)]中;将滴点仪加热块加热至规定的滴点低限约低 10℃时,将装有供试品的金属脂杯插入加热块中,继续加热,调节升温速率为每分钟上升 1.0-1.5℃,重复测定 3 次,3 次测得的滴点相差不超过 1℃,取其平均值,即得。

注意事项:

1. 金属脂杯的宽口内径、窄口内径以及杯高是影响测定结果准确性的主要因素。
2. 温度示值应加上温度校正值(建议对供试品滴点±5℃范围内的温度点进行校正)。

起草单位:湖南省药品检验研究院

联系电话: 0731-82275835

参与单位:中国药科大学、湖南尔康制药有限公司

滴点测定法起草说明

一、制修订的目的意义

目前《中国药典》2020 年版四部中黄凡士林、白凡士林中已收载滴点检查项,但尚未收载滴点的测试方法。目前滴点测定法已收载于 EP10.0、ISO-2176-1995、Designation:D 556-02、SH/T 0678-1999《凡士林滴点测定法》、GB4929-85《润滑脂滴点测定法》、GB/T3498-2008《润滑脂宽温度范围滴点测定

法》中。对于凡士林或其他类似物质,《中国药典》常采用熔点来表征其物理特性,但采用熔点测定法第三法测定熔点时,由于该法需要人工搭建测定装置,测定结果影响因素较多。通过比较两种方法,对于凡士林或其他类似物质,滴点更能准确地表征其物理特性,故拟增加相应的通用检测方法,从而进一步扩大在药用辅料品种中的应用。

二、制修订的总体思路

本标准在国内外标准比对的基础上,确定了五个关键影响因素(装样方式、供试品放置温度及时长、仪器初始温度、仪器升温速率、脂杯尺寸)。通过选取不同类型的典型药用辅料,针对五个关键影响因素开展了系统地研究,起草了滴点测定法(草案),并应用于代表性药用辅料,同时对方法的适用性进行了验证研究。

三、需重点说明的问题

1. 装样方式: 不同药品装样方式不同,通过对典型样品考察并结合《中国药典》2020 年版通则熔点测定法,大致分为两大类。

2. 放置温度及时长: 根据典型样品的考察结果,测定不易粉碎的固体药品或凡士林类物质时,熔融后的放置温度及时长对滴点测定结果有影响,具体参数应依据各品种考察结果确定。

3. 仪器初始温度: 根据典型样品的考察结果,结合《中国药典》2020 年版熔点测定法及 EP10.0 滴点测定法,暂确定仪器初始温度为“至规定的滴点低限约低 10℃。”

4. 升温速率: 根据试验可知,1.0~1.5℃/min 对各典型样品滴点测定结果影响较小,因此暂定此升温速率。

5. 脂杯尺寸: 因金属脂杯的宽口内径、窄口内径以及杯高是影响测定结果准确性的主要因素,结合典型样品的考察及市面上常见脂杯大小,确定了脂杯尺寸,详见金属脂杯示意图。

6. 温度示值: 国内暂无滴点测定仪可用的仪器校正用标准物质,故温度示值应加上温度校正值(建议对供试品滴点±5℃范围内的温度点进行校正)。

7. 传温液加热法装置: 不同生产企业的手动滴点仪(传温液加热法)为了确保试管内空气温度的均一性,其结构装置可能与草案中的描述不完全一致,如支撑脂杯的三个凹槽的设计可能会不同,但不影响脂杯放置的稳定性等。