

## Применение альтернативного метода определения влажности в лекарственных растительных препаратах

Н. П. Антонова, И. М. Моргунов, С. С. Прохвятилова, Е. П. Шефер, А. М. Калинин

Федеральное государственное бюджетное учреждение  
«Научный центр экспертизы средств медицинского применения»  
Министерства здравоохранения Российской Федерации,  
Российская Федерация, 127051, Москва, Петровский бульвар, д. 8, стр. 2

*Статья поступила 23.06.2017 г.; Принята к печати 21.08.2017 г.*

**Резюме:** Проведена сравнительная оценка двух методов определения влажности в лекарственных растительных препаратах: высушивания с использованием термографического инфракрасного анализатора влажности и высушивания в сушильном шкафу. Показано, что при использовании анализатора влажности получены данные, позволяющие определить влажность в лекарственных растительных препаратах разных морфологических групп; результаты в основном согласуются с данными, полученными традиционным фармакопейным методом — методом высушивания с использованием сушильного шкафа. Обоснована целесообразность определения влажности в лекарственном растительном сырье с использованием термографического инфракрасного влагомера.

**Ключевые слова:** влажность; лекарственные растительные препараты; фармакопейный метод; инфракрасный анализатор влажности; фармакопея.

**Библиографическое описание:** Антонова НП, Моргунов ИМ, Прохвятилова СС, Шефер ЕП, Калинин АМ. Применение альтернативного метода определения влажности в лекарственных растительных препаратах. Ведомости Научного центра экспертизы средств медицинского применения 2017; 7(3): 182–185.

Определение влажности в лекарственных растительных препаратах (ЛРП) является актуальной задачей, поскольку определение содержания влаги в ЛРП необходимо для оценки его стандартного состояния и для расчета содержания определяемой группы биологически активных веществ. В случае повышенной влажности происходит разрушение действующих веществ, повышение микробной обсемененности, рост грибов, изменение цвета ЛРП; при пониженной влажности сырье становится излишне хрупким, что может привести к изменению измельченности лекарственных растительных препаратов.

В Государственной фармакопее XIII издания (ГФ XIII) (ОФС.1.5.3.0007.15 «Определение влажности лекарственного растительного сырья и лекарственных растительных препаратов») определение влаги и летучих веществ рекомендуется проводить методом высушивания в сушильных шкафах с использованием влагомеров термографических инфракрасных. В ФС на лекарственное растительное сырье и в нормативной документации (НД) на ЛРП методики с использованием влагомеров термографических инфракрасных отсутствуют [1, 2]. Использование альтернативных методов определения влажности позволит ускорить процесс проведения экспертизы качества и снизить количество предложений и замечаний как по проектам НД, так и по качеству образцов ЛРП [3].

Метод анализа влажности в сушильном шкафу является самым старым и широко распространенным, но имеет ряд недостатков. Основным существенным недостатком данного метода является его длительность, так как определение влажности методом высушивания в сушильном шкафу может занять от 4 до 24 часов. В сушильном шкафу горячий воздух,

циркулируя, нагревает лишь внешнюю поверхность испытуемого образца, к тому же эффективность нагрева снижается во времени, так как испарение влаги сопровождается охлаждением поверхности образца [4].

Инфракрасное излучение термографического инфракрасного влагомера проникает в образец без задержки, стимулирует нагрев и испарение, тем самым высушивая образец. От поверхности отражается лишь малая часть лучей [5].

Проникновение инфракрасных лучей в образец зависит от ряда факторов, которые необходимо учитывать при выборе инфракрасного метода сушки:

- степень прозрачности материала (если прозрачность материала мала, то лучи проникают лишь в поверхностный слой образца, и, соответственно, эффективность нагрева снижается);
- теплопроводность материала (чем выше теплопроводность материала, тем быстрее и равномернее нагревается образец, соответственно тем быстрее и эффективнее происходит процесс сушки материала);
- окраска вещества (от того, является ли материал светлоокрашенным или темноокрашенным зависит степень отражения лучей инфракрасного излучения и, соответственно, эффективность нагрева) [4].

Метод анализа влажности в сушильной печи является самым трудоемким из всех термогравиметрических методов. По сравнению с методом сушки в сушильном шкафу, порядок действий, производимых при инфракрасном анализе влаги, значительно упрощен. Оператор должен произвести тарирование весоизмерительной системы с пустым лоточком для пробы, а затем поместить пробу в лоток и запустить анализ. Весоизмерительная система отслеживает процесс сушки, измеряя массу пробы с периодом

90 мсек. Как только выполняется условие отключения, например, высушивание до постоянной массы, измерение заканчивается. Содержание влаги рассчитывается автоматически и отображается на устройстве вывода данных, либо как абсолютная потеря в мг, либо как процентная часть начального веса [6].

При использовании метода определения влажности в сушильном шкафу возможны ошибки, так как взвешивание пробы перед сушкой может занять много времени, в течение которого проба может набрать или потерять влагу из-за условий окружающей среды, таких как сквозняки или влажность. С ИК-анализатором влажности эта процедура начального взвешивания может быть опущена, так как весоизмерительная система анализатора определяет начальную массу пробы автоматически, сразу после того как пользователь закроет камеру пробы. Кроме того, полученные результаты будут надежнее, так как все вычисления и управление важными функциями (температура, время измерения, скорость нагрева) проводит микропроцессор. Программное обеспечение, которое производит расчет влажности, также автоматически компенсирует влияние температурного сдвига, который в противном случае привел бы к погрешностям измерения [6].

**Целью настоящей работы** является анализ преимуществ и недостатков применения метода инфракрасной сушки для определения влажности в лекарственных растительных препаратах различных морфологических групп в сравнении с методом высушивания в сушильном шкафу.

## МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Использовались ЛРП различных морфологических групп:

- подземные органы (кровохлебки корневища с корнями, солодки корни, аира корневища);
- коры (дуба кора, крушины кора);
- плоды (соплодия ольхи, укропа пахучего плоды);
- чага;
- листья (эвкалипта листья, мяты перечной листья, подорожника большого листья, ортосифона тычиночного листья);
- цветки (липы цветки, бессмертника песчаного цветки, бузины черной цветки, пижмы цветки, календулы цветки, ромашки цветки);
- травы (тысячелистника трава, зверобоя трава, чистотела трава, хвоща полевого трава, пустырника трава, спорыша трава, полыни трава).
- столбики кукурузы.

Таблица 1

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ В РЕЖИМЕ «ДО ВЫСУШИВАНИЯ» ПРИ 103 °С МЕТОДОМ ИНФРАКРАСНОЙ СУШКИ И ПРИ 103 °С МЕТОДОМ ВЫСУШИВАНИЯ В СУШИЛЬНОМ ШКАФУ

| Наименование ЛРП              | Метод высушивания в сушильном шкафу |        | Метод инфракрасной сушки |        |
|-------------------------------|-------------------------------------|--------|--------------------------|--------|
|                               | Результат, %                        | RSD, % | Результат, %             | RSD, % |
| Кровохлебки корневища и корни | 7,62                                | 3,77   | 7,19                     | 3,85   |
| Солодки корни                 | 6,14                                | 3,54   | 5,67                     | 3,38   |
| Аира корневища                | 7,63                                | 6,05   | 6,96                     | 1,34   |
| Крушины кора                  | 6,64                                | 1,9    | 6,85                     | 1,74   |
| Дуба кора                     | 5,38                                | 2,22   | 5,32                     | 1,82   |
| Соплодия ольхи                | 7,96                                | 2,46   | 7,48                     | 3,57   |
| Укропа пахучего плоды         | 5,99                                | 1,43   | 5,38                     | 1,98   |
| Чага                          | 12,45                               | 0,27   | 11,46                    | 1,39   |
| Эвкалипта листья              | 5,81                                | 0,68   | 5,76                     | 4,63   |
| Мяты перечной листья          | 8,05                                | 4,23   | 7,62                     | 1,66   |
| Подорожника большого листья   | 6,55                                | 4,12   | 6,26                     | 2,53   |
| Ортосифона тычиночного листья | 8,51                                | 0,93   | 8,47                     | 1,17   |
| Липы цветки                   | 7,55                                | 1,11   | 6,46                     | 1,28   |
| Бессмертника песчаного цветки | 5,68                                | 1,05   | 5,32                     | 2,68   |
| Бузины черной цветки          | 6,02                                | 5,15   | 5,40                     | 2,39   |
| Пижмы цветки                  | 6,83                                | 1,01   | 6,47                     | 3,66   |
| Календулы цветки              | 5,64                                | 0,87   | 4,95                     | 4,01   |
| Ромашки цветки                | 8,07                                | 1,54   | 7,80                     | 1,46   |
| Тысячелистника трава          | 7,65                                | 1,65   | 7,74                     | 1,57   |
| Зверобоя трава                | 6,42                                | 1,54   | 6,27                     | 4,52   |
| Чистотела трава               | 6,63                                | 2,06   | 6,23                     | 1,66   |
| Хвоща полевого трава          | 8,65                                | 2,37   | 8,05                     | 0,62   |
| Пустырника трава              | 5,77                                | 2,57   | 5,82                     | 4,05   |
| Спорыша трава                 | 6,29                                | 0,85   | 6,17                     | 1,65   |
| Полыни трава                  | 6,51                                | 0,39   | 6,23                     | 0,67   |
| Столбики кукурузы             | 8,03                                | 1,49   | 7,45                     | 1,75   |

Таблица 2

**РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИНДИВИДУАЛЬНЫХ РЕЖИМОВ ИК-СУШКИ**

| Наименование ЛРП     | Температура сушки, °С | Время сушки, мин | Влажность | RSD, % |
|----------------------|-----------------------|------------------|-----------|--------|
| Хвоща полевого трава | 103                   | 23               | 8,05      | 0,62   |
|                      | 115                   | 20               | 8,49      | 1,38   |
|                      | 120                   | 13               | 8,57      | 1,01   |
|                      | 125                   | 15               | 8,65      | 0,90   |
|                      | 103                   | 45               | 8,16      | 0,54   |
| Полыни трава         | 103                   | 24               | 6,23      | 0,57   |
|                      | 110                   | 22               | 6,54      | 0,73   |
|                      | 103                   | 45               | 6,50      | 0,35   |
| Ромашки цветки       | 103                   | 20               | 7,81      | 1,05   |
|                      | 103                   | 45               | 8,10      | 0,24   |

Таблица 3

**РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ ДЛЯ ТРАВЫ ХВОЩА ПОЛЕВОГО ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ МЕТОДА ВЫСУШИВАНИЯ В СУШИЛЬНОМ ШКАФУ И МЕТОДА ИНФРАКРАСНОЙ СУШКИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РАЗЛИЧНОЙ ТЕМПЕРАТУРЫ СУШКИ**

| Температура сушки, °С | Результат, %                        |                          |
|-----------------------|-------------------------------------|--------------------------|
|                       | Метод высушивания в сушильном шкафу | Метод инфракрасной сушки |
| 125                   | 9,25                                | 8,65                     |
| 103                   | 8,65                                | 8,16                     |

Оборудование: анализатор влажности Sartorius MA100, сушильный шкаф Binder ED53, электронные весы Mettler Toledo XPE205DR.

Испытания на анализаторе влажности проводились в полностью автоматическом режиме «высушивание до постоянной массы» при проведении предварительного анализа, а также в «полуавтоматическом режиме 1 мг/60 сек» и «режиме таймера» при температурах 103–120 °С (выбор других режимов позволил получить значения, сопоставимые со значениями, полученными методом высушивания в сушильном шкафу). Навеска лекарственного растительного сырья равномерным, тонким слоем (примерно 2–3 мм) распределялась на дне чашки (для ЛРС в среднем около 5,5 г). Выполнялись параллельные измерения: использовался стандартный метод анализа (метод высушивания в сушильном шкафу по ГФ XIII, ОФС.1.5.3.0007.15).

**РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ**

Результаты испытаний (табл. 1) свидетельствуют о том, что полученные двумя методами значения влажности отличаются друг от друга в зависимости от морфологической группы ЛРП: для трав, листьев и коры — разница в полученных значениях влажности, как правило, не превышает 0,2 %, для подземных органов и плодов — разница составляет 0,5 %, для цветков — от 0,5 % до 1 %. RSD результатов, полученных двумя методами, отличается незначительно.

Возможно, это связано с тем, что ЛРП, относящиеся к разным морфологическим группам, благода-

ря особенностям строения тканей отличаются по способности поглощать инфракрасное излучение, следовательно, для каждого ЛРП необходимо подобрать определенные условия проведения испытаний.

В целом, значения влажности, полученные методом инфракрасной сушки, ниже, чем значения, полученные методом высушивания в сушильном шкафу.

Данные, представленные в таблице 2, позволяют прийти к выводу, что при использовании повышенных температур для инфракрасной сушки получают более высокие результаты. При температуре сушки 110 °С для травы полыни с использованием метода инфракрасной сушки определяемое значение влажности составило 6,54 %; при сушке в сушильном шкафу при температуре 103 °С значение влажности составило 6,51 %, при использовании режима сушки с фиксированным временем анализа (45 мин, температура сушки 103 °С) значение влажности составило 6,50 %, что более предпочтительно, так как при 103 °С исключена потеря в массе за счет испарения компонентов, кипящих при более высокой температуре.

Данные, представленные в таблице 3, свидетельствуют о том, что при температуре сушки в 125 °С для травы хвоща с использованием метода инфракрасной сушки определяемое значение влажности составило 8,65 %; при сушке в сушильном шкафу при температуре 125 °С значение влажности составило 9,25 %. При сушке в сушильном шкафу при температуре 103 °С значение влажности составило 8,65 %, а при использовании режима сушки с фиксированным временем анализа (45 мин, температура сушки 103 °С) значение влажности составило 8,16 %, следовательно, такой режим использовать нецелесообразно.

При использовании режима сушки с фиксированным временем анализа (45 мин, температура сушки 103 °С) для цветков ромашки значение влажности составило 8,10 %, значение идентично результатам, полученным методом сушки в сушильном шкафу.

Приведенные выше результаты экспериментов свидетельствуют о преимуществах определения влажности в лекарственном растительном сырье с использованием термографического инфракрасного влагомера, но при разработке методики необходимо учитывать анатомо-морфологические особенности лекарственного растительного сырья и подбирать индивидуальные режимы инфракрасной сушки.

**ЛИТЕРАТУРА**

1. Государственная фармакопея Российской Федерации. XIII изд. Т. 1–3. М.; 2015 [Интернет]. Available from: <http://femb.ru/femb1>.
2. European Pharmacopoeia. 9th ed. Strasbourg; 2017 [Internet]. Available from: <http://online.edqm.eu/EN/entry.htm>.
3. Антонова НП, Прохвятилова СС, Шефер ЕП, Калинин АМ. Особенности экспертизы качества лекарственных растительных препаратов с примерами типичных замечаний при их лабораторной экспертизе. Вестник Научного центра экспертизы средств медицинского применения 2015; (3): 18–22.
4. Киптелая ЛВ, Загорюлько АН. ИК-сушка плодоягодного сырья. Научный журнал НИУ ИТМО 2014; (3): 80–86.
5. Акулич АВ, Темрук АВ. Сушка плодовоовощного сырья с использованием ИК-излучения. Пищевая промышленность 2009; (9): 12–13.
6. Завалий АА, Снежкин ЮФ. Разработка и тепловое моделирование устройств инфракрасной сушки термолабильных материалов. Симферополь: АРИАЛ; 2016.

## ОБ АВТОРАХ

Федеральное государственное бюджетное учреждение «Научный центр экспертизы средств медицинского применения» Министерства здравоохранения Российской Федерации. Российская Федерация, 127051, Москва, Петровский бульвар, д. 8, стр. 2.  
*Антонова Наталья Петровна.* Начальник лаборатории фитопрепаратов и гомеопатических средств Испытательного центра экспертизы качества лекарственных средств, канд. биол. наук.  
*Моргунов Игорь Михайлович.* Эксперт 2-й категории лаборатории фитопрепаратов и гомеопатических средств Испытательного центра экспертизы качества лекарственных средств.  
*Прохватилова Светлана Степановна.* Главный эксперт лаборатории фитопрепаратов и гомеопатических средств, канд. фарм. наук.  
*Шефер Елена Павловна.* Главный эксперт лаборатории фитопрепаратов и гомеопатических средств, канд. фарм. наук.  
*Калинин Артем Михайлович.* Ведущий эксперт лаборатории фитопрепаратов и гомеопатических средств.

## АДРЕС ДЛЯ ПЕРЕПИСКИ

Моргунов Игорь Михайлович; Morgunov@expmed.ru

## AN ALTERNATIVE METHOD OF LOSS ON DRYING DETERMINATION IN HERBAL MEDICINAL PRODUCTS

N. P. Antonova, I. M. Morgunov, S. S. Prokhvatilova, E. P. Shefer, A. M. Kalinin

Federal State Budgetary Institution  
«Scientific Centre for Expert Evaluation of Medicinal Products»  
of the Ministry of Health of the Russian Federation,  
Petrovsky boulevard 8, bld. 2, Moscow 127051, Russian Federation

**Abstract:** The article compares two methods of loss on drying determination in herbal medicinal products: drying using an infrared thermographic moisture analyzer and drying carried out in a drying cabinet. Data obtained with the moisture analyzer were shown to be sufficient for determination of loss on drying in herbal medicinal products of different morphological groups and were generally consistent with the data obtained by the traditional pharmacopoeial method – drying in a drying cabinet. The article demonstrates the feasibility of performing loss on drying test using an infrared thermographic moisture analyzer.

**Key words:** loss on drying; herbal medicinal products; pharmacopoeial method; infrared moisture analyzer; pharmacopoeia.

**For citation:** Antonova NP, Morgunov IM, Prokhvatilova SS, Shefer EP, Kalinin AM. An alternative method of loss on drying determination in herbal medicinal products. The Bulletin of the Scientific Centre for Expert Evaluation of Medicinal Products 2017; 7(3): 182–185.

## REFERENCES

1. The State Pharmacopoeia of the Russian Federation. 13th ed. V. 1–3. Moscow; 2015 [Internet]. Available from: <http://femb.ru/feml> (in Russian).
2. European Pharmacopoeia. 9th ed. Strasbourg; 2017 [Internet]. Available from: <http://online.edqm.eu/EN/entry.htm>.
3. Antonova NP, Prokhvatilova SS, Shefer EP, Kalinin AM. Specifics of herbal drugs quality testing with the examples of typical criticism of laboratory testing of those. The Bulletin of the Scientific Centre for Expert Evaluation of Medicinal Products 2015; (3): 18–22 (in Russian).
4. Kiptelaya LV, Zagorulko AN. IR-drying of fruit and berry raw materials. Scientific Journal of NRU ITMO 2014; (3): 80–86 (in Russian).
5. Akulich AV, Temruk AV. Drying of fruit and vegetable raw materials using infrared radiation. Food Industry 2009; (9): 12–13 (in Russian).
6. Zavaliiy AA, Snezhkin YuF. Development and thermal modeling of devices for infrared drying of thermolabile materials. Simferopol: ARIAL; 2016 (in Russian).

## AUTHORS

Federal State Budgetary Institution «Scientific Centre for Expert Evaluation of Medicinal Products» of the Ministry of Health of the Russian Federation, Petrovsky boulevard 8, bld. 2, Moscow 127051, Russian Federation.  
*Antonova NP.* Head of the Laboratory of Herbal and Homeopathic Products of the Testing Centre for Evaluation of Medicinal Products' Quality. Candidate of Biological Sciences.  
*Morgunov IM.* 2nd professional category expert of the Laboratory of Herbal and Homeopathic Products of the Testing Centre for Evaluation of Medicinal Products' Quality.  
*Prokhvatilova SS.* Chief expert of the Laboratory of Herbal and Homeopathic Products of the Testing Centre for Evaluation of Medicinal Products' Quality. Candidate of Pharmaceutical Sciences.  
*Shefer EP.* Chief expert of the Laboratory of Herbal and Homeopathic Products of the Testing Centre for Evaluation of Medicinal Products' Quality. Candidate of Pharmaceutical Sciences.  
*Kalinin AM.* Leading expert of the Laboratory of Herbal and Homeopathic Products of the Testing Centre for Evaluation of Medicinal Products' Quality.

## CONTACT E-MAIL

Morgunov Igor Mikhaylovich; Morgunov@expmed.ru