

中华人民共和国医药行业标准

YY 0208—95

药 用 辅 料 乙 二 胺

1 主题内容与适用范围

本标准规定了药用辅料乙二胺的技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、贮存和运输的要求。
本标准适用于药用辅料乙二胺,在制药工业中常用作 pH 调节剂。

2 引用标准

中华人民共和国药典一九九〇年版二部

3 化学名称、分子式、结构式、分子量

化学名称:乙二胺

ethylene diamine

分子式: $C_2H_8N_2$

结构式: $H_2N-CH_2-CH_2-NH_2$

分子量: 60.10(按 1987 年国际原子量)

4 技术要求

4.1 性状

本品为无色或微黄色澄明液体,具有氨的刺激性臭味,能与水、乙醇混溶。

4.2 项目和指标

项 目	指 标
含量, %	98.0~100.5
表征氨及其他碱含量的参数 Δ	< 0.5
不挥发物, %	≤ 0.3
铁(Fe), %	≤ 0.002
重金属, %	≤ 0.001
液体的颜色	不深于黄色 3 号

5 试验方法

除特别注明外,试验中所用试剂为分析纯试剂,水为蒸馏水或相应纯度的水,溶液为水溶液,仪器设备为一般实验室仪器设备。

本标准所需溶液、试液、指示液,除特别注明外,均按《中华人民共和国药典》一九九〇年版二部附录的规定制备。

5.1 鉴别

5.1.1 试剂和溶液

5.1.1.1 硫酸铜溶液:1%(m/V)。

5.1.1.2 红色石蕊试纸。

5.1.2 鉴别方法

5.1.2.1 取本品 1 mL,加水 5 mL 混匀,于 0.2 mL 混合液中加硫酸铜溶液 2 mL,振摇产生紫蓝色。

5.1.2.2 溶液呈强碱性,遇红色石蕊试纸变蓝。

5.2 含量测定

5.2.1 试剂和溶液

5.2.1.1 盐酸标准滴定溶液(1 mol/L)。

5.2.1.2 溴酚蓝溶液。

5.2.2 测定方法

精密称取本品约 1.2 g(准确至 0.000 2 g),溶于一个装有大约 20 mL 水预先称重的碘量瓶中,精密称重,以水稀释至 60 mL,以溴酚蓝溶液为指示剂,用盐酸标准滴定溶液滴定至黄色。

5.2.3 分析结果的表述

样品的含量 X (以质量百分数表示)按式(1)计算:

$$X_2 = \frac{V_1 \cdot c \times 0.030\ 05}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: V_1 ——样品消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

c ——盐酸标准滴定溶液的浓度, mol/L;

m_1 ——样品的质量, g;

0.030 05——消耗 1 mL 1.00 mol/L 的盐酸标准滴定溶液相当的乙二胺的质量, g。

5.2.4 允许差

本方法两平行测定的允许差在 0.3% 之内。

5.3 氮及其他碱的含量测定

5.3.1 试剂和溶液

5.3.1.1 95%乙醇(GB 679)。

5.3.1.2 盐酸(GB 622)。

5.3.2 测定方法

取本品 1.2 g 溶于 20 mL 乙醇中,在搅拌下逐滴加入 4.5 mL 盐酸,水浴上蒸干,用玻璃棒搅碎结块,在 105℃ 干燥 1 h,称重。

5.3.3 分析结果的表述

表征氮及其他碱含量的参数 Δ 按式(2)计算:

$$\Delta = X_2 - \frac{m_3 \times 0.451\ 8}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: X_2 ——乙二胺的含量, %;

m_2 ——样品的质量, g;

m_3 ——残渣的质量, g;

0.451 8——每克残渣相当的乙二胺的质量, g。

5.4 不挥发物的测定

取本品 5 g(准确至 0.000 5 g),在水浴上蒸发至干,在 105℃ 干燥 1 h,残渣称重。

5.5 铁(Fe)的测定

5.5.1 试剂和溶液

- 5.5.1.1 盐酸(GB 622)。
- 5.5.1.2 硝酸(GB 626)。
- 5.5.1.3 过硫酸铵。
- 5.5.1.4 硫氰酸铵溶液:30%(m/V)。
- 5.5.1.5 标准铁溶液(0.001%Fe)。

5.5.2 测定方法

取本品 5 g(准确至 0.005 g),加 1 mL 盐酸和 0.5 mL 硝酸,水浴上蒸发至干,溶解残渣于 20 mL 的温水中,并用水稀释至 100 mL,取 10 mL 按《中华人民共和国药典》一九九〇年版二部附录 51 页铁盐检查法测定。

用 1 mL 标准铁溶液(0.001%Fe)制备对照液。

5.6 重金属的测定

5.6.1 试剂和溶液

- 5.6.1.1 盐酸(GB 622)。
- 5.6.1.2 硝酸(GB 626)。
- 5.6.1.3 乙酸盐缓冲溶液(pH3.5)。
- 5.6.1.4 硫代乙酰胺试液。
- 5.6.1.5 标准铅溶液(0.001%Pb)。

5.6.2 测定方法

取本品 5 g(准确到 0.005 g),在水浴上蒸发至干,加 1 mL 盐酸和 0.5 mL 硝酸,重新蒸干,将残渣溶解在 20 mL 的温水中,并用水稀释至 50 mL,取此溶液 10 mL,按《中华人民共和国药典》一九九〇年版二部附录 51 页第一法测定。

用 1 mL 铅标准溶液(0.001%Pb)制备对照液。

5.7 液体的颜色

按《中华人民共和国药典》一九九〇年版二部附录 57 页规定的方法,将本品直接与标准比色液比较即得。

6 检验规则

6.1 本品应由生产厂的质量检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品符合本标准的要求,每件出厂的产品都应附有产品合格证。

6.2 使用单位可按照本标准对所收到的产品进行质量检验。

6.3 取样量按包装总件数的 $\sqrt{n}+1$ 随机取样,少于 3 件的件件取。取样应选用清洁、干燥、具有密封性和避光性的样品瓶,瓶上贴有标签,注明产品名称、批号、生产厂名和取样日期、取样人签名及必要的说明。

取样时,应用清洁适用的取样器,伸入每件包装的四分之三深处,取足够量的样品等量混匀后,装入样品瓶中。每批产品取样两份,每份样品应为全检所需样品的三倍量,一份送化验室,另一份应密封保存,以备仲裁分析用。

6.4 如果在检验中有一项指标不符合标准,应加倍取样件数,重新取样进行核验,产品重新检验的结果有一项不符合标准时,则整批产品为不合格品。

6.5 供需双方对产品质量发生异议时,可由双方协商选定仲裁单位按本标准进行仲裁。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 包装上应有牢固的标志,内容应包括:产品名称(注明“药用辅料”字样)、产品生产批文号、生产日期、净重、商标、生产厂名称和贮存条件。包装的重量可按客户的要求而定。

7.2 本品应装于适宜的避光、密封容器中,保存在阴凉、干燥处。

7.3 本品运输和贮存中不得与有污染的物质混装、混运。

附加说明:

本标准由国家医药管理局提出。

本标准由国家医药管理局天津药物研究院归口。

本标准由石家庄第一制药厂负责起草。

本标准主要起草人董振国、刘力娜、贺立红。