

中华人民共和国医药行业标准

药用辅料 硅酸镁铝

YY 0240—1996

Pharmaceutical excipients—
Magnesium aluminum silicate

1 主题内容与适用范围

本标准规定了药用辅料硅酸镁铝的技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输和贮存的要求。
本标准适用于化学合成法制得的硅酸镁铝,在制药工业中用作悬浮剂、增稠剂、崩解剂、粘合剂等。

2 引用标准

YY/T 0188.1—1995 药品检验操作规程 第1部分:药品检验操作通则
中华人民共和国药典一九九五年版二部

3 产品化学名称、结构式

化学名称:硅酸镁铝

magnesium aluminum silicate

结构式:Mg、Al、Si 和 O(OH)的聚合络合物,是由3个八面体铝晶格层和2个四面体硅层组成,铝被镁不同程度置换。

4 技术要求

4.1 性状

本品为白色或类白色片状或颗粒形粉末,无臭、无味,微有引湿性。

本品在水或乙醇中不溶。

4.2 项目和指标

YY 0240—1996

项 目	指 标
微生物限量检查	
细菌总数,个/g $\leq$	1 000
大肠杆菌	无
pH 值	9.0~10.0
碱度(消耗 0.1mol/L 盐酸体积),mL $\leq$	10
粘度,Pa·s	0.3~0.6
重金属,% $\leq$	0.001 5
干燥失重,% $\leq$	8.0
炽灼失重,% $\leq$	17.0
镁含量和铝含量的比	0.5~1.2
二氧化硅,%	50~60
砷(As),% $\leq$	0.000 3

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,测定中所需溶液在未注明时,均按中华人民共和国药典一九九五年版二部附录制备。仪器设备为一般实验室仪器设备。

5.1 鉴别

5.1.1 试剂和溶液

5.1.1.1 稀盐酸:取盐酸 234mL,加水稀释至 1 000mL,即得,本液含盐酸应为 9.5%~10.5%。

5.1.1.2 氨试液:取浓氨溶液 400mL,加水使成 1 000mL,即得。

5.1.1.3 0.1%茜素磺酸钠溶液:取茜素磺酸钠 0.1g 加水 100mL 使溶解,即得。

5.1.1.4 氢氧化钠试液:取氢氧化钠 4.3g,加水使溶解成 100mL,即得。

5.1.1.5 碘试液:可取用碘液(0.1mol/L)。

5.1.2 鉴别方法

5.1.2.1 取本品约 0.5g,加稀盐酸 10mL,微温过滤,滤液照下述方法试验。

取滤液 5mL,加氢氧化钠试液使成碱性,即发生白色胶状沉淀,滴加 0.1%茜素磺酸钠溶液数滴,沉淀即显樱红色。

5.1.2.2 取滤液 5mL,加氢氧化钠试液使成碱性,即发生白胶状沉淀,再加氢氧化钠试液 3mL,沉淀部分溶解,滤过,沉淀用水洗净后,加碘试液即显红棕色。

5.1.2.3 用铂丝制成的环,蘸取磷酸铵钠的结晶微粒在火焰上熔成透明的小球后,趁热蘸取成品,熔融,二氧化硅即浮于小球的表面、放冷,即成网状结构的不透明小球。

5.2 微生物限量

取本品 10g,加生理盐水 100mL,混匀,按中华人民共和国药典一九九五年版二部附录 82 页微生物限度检查法检测。

5.3 pH 值

取本品 5g,加水 100mL,混匀后滤过,滤液按中华人民共和国药典一九九五年版二部附录 38 页 pH 测定法测定。

5.4 碱度

5.4.1 试剂和溶液

0.1mol/L 的盐酸溶液:取盐酸 9mL,加水稀释至 1 000mL,即得。

5.4.2 测定方法

取本品 1g,加新沸过的冷水 50mL,混匀后滤过,滤液用 0.1mol/L 的盐酸溶液滴定至 pH=4.0,消耗 0.1mol/L 的盐酸溶液小于 10mL。

5.5 粘度

在 20℃时,取本品 5%水溶液,按中华人民共和国药典一九九五年版二部附录 38 页粘度测定法第二法测定(选 1 号转子,转速 60r/min)。

5.6 重金属

取本品 1.0g,按中华人民共和国药典一九九五年版二部附录 54 页重金属检查法第一法测定。

5.7 干燥失重

取本品 1.0g,在 105℃干燥至恒重,按中华人民共和国药典一九九五年版二部附录 58 页干燥失重测定法测定。

5.8 炽灼失重

取本品 1.0g,置 800℃高温炉中,炽灼至恒重,按中华人民共和国药典一九九五年版二部附录 59 页炽灼残渣检查法测定。

5.9 铝含量和镁含量的比

5.9.1 试剂和溶液

5.9.1.1 稀盐酸:按中华人民共和国药典一九九五年版二部附录 171 页试液配制。

5.9.1.2 乙酸-乙酸铵缓冲液(pH=6.0):按中华人民共和国药典一九九五年版二部附录 176 页缓冲液配制。

5.9.1.3 乙二胺四乙酸二钠液(0.05mol/L):按中华人民共和国药典一九九五年版二部附录 180 页滴定液配制并稀释。

5.9.1.4 锌液(0.05mol/L)。按中华人民共和国药典一九九五年版二部附录 186 页滴定液配制。

5.9.1.5 氯化铵溶液:取氯化铵 10.5g,加水使溶解成 100mL,即得。

5.9.1.6 三乙醇胺溶液(1→2):取 50mL 三乙醇胺,加水使溶解成 100mL,即得。

5.9.1.7 二甲酚橙指示液:取二甲酚橙 0.2g,加水 100mL 使溶解,即得。

5.9.1.8 甲基红指示液:取甲基红 0.1g,加氢氧化钠液(0.05mol/L)7.4mL 使溶解,再加水稀释至 200mL,即得。

5.9.2 测定方法

5.9.2.1 氧化铝

取本品 0.2g,精密称定,加盐酸 2mL 与水 50mL,煮沸使溶解,放冷,滤过,滤渣用水洗涤,洗液与滤液合并,滴加氨试液至恰好析出沉淀再滴加稀盐酸使沉淀恰好溶解,加乙酸-乙酸铵缓冲液(pH6.0) 10mL,精密加 0.05mol/L 乙二胺四乙酸二钠液 25mL,煮沸 10min,放冷,加二甲酚橙指示液 1mL,用 0.05mol/L 锌液滴定至溶液由黄色转变为红色,即得。

5.9.2.2 分析结果的表述

氧化铝百分含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1(\%) = \frac{(V_1c_1 - V_2c_2) \times 0.05098}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c_1 ——乙二胺四乙酸二钠溶液的浓度, mol/L;

c_2 ——锌标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——消耗乙二胺四乙酸二钠溶液的体积, mL;

V_2 ——消耗锌标准滴定溶液的体积, mL;

m_1 ——样品的质量, g;

0.050 98——与 1.00mL 锌标准滴定溶液($c=1.000\text{mol/L}$)相当的以克表示的氧化铝的质量。

5.9.2.3 允许误差

本法两次平行测定的相对偏差不得超过 0.3%。

5.9.2.4 氧化镁

取本品约 0.2g, 精密称定, 加盐酸 5mL 与水 50mL 加热煮沸, 加甲基红指示液 1 滴, 滴加氨试液使溶液由红色变为黄色, 再继续煮沸 5min, 乘热滤过, 滤渣用氯化铵溶液(1→50)30mL 洗涤, 洗液与滤液合并, 放冷, 加氨试液 10mL, 加三乙醇胺溶液(1→2)5mL, 加铬黑 T 指示剂少许, 用 0.05mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液显纯蓝色, 即得。

5.9.2.5 分析结果的表述

氧化镁的百分含量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2(\%) = \frac{V_3 \cdot c_3 \times 0.040\ 31}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: c_3 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定浓度, mol/L;

V_3 ——消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

m_2 ——样品的质量, g;

0.040 31——与 1.0mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液($c=1.000\text{mol/L}$)相当的以克表示的氧化镁的质量。

5.9.2.6 允许误差

本法两次平行测定的允许相对偏差不得超过 0.3%。

5.9.3 铝含量和镁含量的比值计算

铝含量和镁含量的比值 P 按式(3)计算:

$$P = \frac{X_1}{X_2} \times 0.877\ 6 \dots\dots\dots (3)$$

式中: X_1 ——氧化铝的含量, %;

X_2 ——氧化镁的含量, %;

0.877 6——氧化铝含量与氧化镁含量的比折算成铝含量与镁含量比的系数。

5.10 二氧化硅

5.10.1 试剂和溶液

5.10.1.1 硫酸(GB 625)。

5.10.1.2 硝酸(GB 626)。

5.10.1.3 稀硫酸。

5.10.1.4 氢氟酸(GB 620)。

5.10.2 测定方法

取本品约 0.4g, 精密称定, 置瓷皿中加硫酸 3mL 与硝酸 5mL 的混合液, 待作用完全, 置沙浴上蒸干, 放冷, 加稀硫酸 10mL 与水 100mL, 煮沸使溶解, 倾取上层液, 用无灰滤纸滤过, 残渣用倾泻法以热水洗涤几次, 洗涤液一并滤过, 最后将残渣移置滤纸上, 用热水洗涤, 将残渣连同滤纸置铂制坩埚中, 干燥, 灼灼 30min, 放冷, 精密称定, 再将残渣用水湿润, 加氢氟酸 3mL 与硫酸 3 滴, 蒸干, 灼灼 5min, 放冷, 精密称定, 减失的重量, 即为供试品中含有二氧化硅的质量。

5.10.3 分析结果的表述

二氧化硅的百分含量 X_3 按式(4)计算

$$X_3(\%) = \frac{m_3}{m_4} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中： m_3 ——减失重量，g；

m_4 ——样品质量，g。

5.10.4 允许误差

本法两次平行测定的允许相对偏差不得超过 0.3%。

5.11 砷

取本品 0.2g，加稀盐酸 10mL，煮沸，放冷，加盐酸 5mL 与水适量使成 23mL，按中华人民共和国药典一九九五年版二部附录 56 页砷盐检查法第一法测定。

6 检验规则

6.1 本产品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标准的要求，每批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 YY/T 0188.1 的规定方法进行。

6.4 如供需双方对产品质量发生异议，可由双方协商选定仲裁单位，按本标准仲裁。

7 包装、标志、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（标明“药用辅料”字样）、批号、产品批文号、生产日期、净重、商标、生产厂名和贮存条件。

7.2 包装大小可根据用户的要求而定；包装材料必须保证产品密封，防止运输中破损。

7.3 本品应贮存于阴凉干燥处，尤其应防潮，不要与酸类共储运。

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。

本标准由郑州化学制药厂负责起草。

本标准主要起草人：晓敏、潘锡昶。