

附件：轻质氧化镁药用辅料标准草案公示稿（第二次）

轻质氧化镁

Qingzhi Yanghuamei
Light Magnesium OxideMgO 40.30
[1309-48-4]

本品按炽灼至恒重后计算，含 MgO 不得少于 96.5%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末。

本品在水或乙醇中几乎不溶或不溶；在稀盐酸或稀醋酸中溶解。

【鉴别】 本品的稀盐酸溶液显镁盐的鉴别反应（通则 0301）。

【检查】 堆密度 取本品适量，依法检查（通则 0993，1 第一法），应不得大于 0.15g/ml。

碱度 取本品 1.0g，加水 50ml，煮沸 5 分钟，趁热滤过，滤渣用水适量洗涤，洗液并入滤液中，加甲基红指示液数滴与硫酸滴定液(0.05mol/L)2.0ml，溶液应由黄色变为红色。

溶液的颜色 取本品 1.0g，加醋酸 15ml 与水 5ml，煮沸 2 分钟，放冷，加水至 20ml，如浑浊可滤过，溶液应无色；如显色，与黄绿色 2 号标准比色液（通则 0901 第一法）比较，不得更深。

氟化物 操作时使用塑料器皿。精密称取经 105℃干燥 4 小时的氟化钠 221mg，置 100ml 塑料量瓶中，加水适量使溶解，加缓冲液（取枸橼酸钠 73.5g，加水 250ml 使溶解，即得）50ml，加水稀释至刻度线，摇匀，作为氟标准贮备液（每 1ml 相当于 1mg 的氟）。

分别精密量取氟标准贮备液 60μl、200μl、300μl、400μl、600μl 置 100ml 量瓶中，加入缓冲液 50ml，用水稀释制成每 1ml 中含氟 0.6、2.0、3.0、4.0、6.0μg 的标准溶液。

以氟离子选择电极为指示电极，银-氯化银电极（以 3mol/L 氯化钾溶液为盐桥溶液）为参比电极，分别测量上述标准溶液的电位响应值（mV）。以氟离子浓度（μg/ml）的对数值（lgC）为 x 轴，以电位响应值为 y 轴，绘制标准曲线，计算斜率 S。

取本品 0.50g，置 200ml 量瓶，加水 40ml 与盐酸 3ml，超声使溶解，加缓冲液 100ml，用水稀释至刻度线，作为供试品溶液，同法制备空白溶液。

精密量取供试品溶液 100ml，置塑料量杯中，将指示电极和参比电极插入液面，搅拌，测定电位响应值 E_T。再加入至少 3 次氟标准贮备液（约每隔 1 分钟），每次 200μl，分别读取每次的电位响应值 E_S，计算 ΔE=E_S-E_T。

以 $10^{\frac{\Delta E}{S}}$ 为 y 轴，V_S（氟标准贮备液的加入量，ml）为 x 轴，绘制标准曲线并计算回归方程，计算标准曲线在 x 轴上的截距 V_x，再根据以下公式计算 C_T。

$$C_T = -\frac{C_S V_x}{V_T}$$

式中 V_T 为待测溶液的体积，100ml；

C_T 为待测溶液的氟离子浓度，μg/ml；

C_S 为氟标准贮备液的氟离子浓度，μg/ml。

精密量取空白溶液 100ml，自“置塑料量杯中”起同法测定。

根据以下公式计算供试品中氟元素含量。

$$\text{氟元素含量}\% = 200 \times (C_{T1} - C_{T0}) \times 10^{-6} / W \times 100\%$$

式中 W 为供试品的称量，g；

C_{T1} 为供试品溶液的氟离子浓度， $\mu\text{g/ml}$ ；

C_{T0} 为空白溶液的氟离子浓度， $\mu\text{g/ml}$ 。

本品含氟化物不得过 0.08%。

氯化物 取新炽灼放冷的本品 5.0g，加水 30ml 与醋酸 70ml 使溶解，煮沸 2 分钟，放冷，滤过，滤渣用稀醋酸洗涤，合并滤液与洗液，置 100ml 量瓶中，用稀醋酸稀释至刻度，摇匀，作为供试品贮备溶液。精密量取 1.0ml，用水稀释至 25ml，依法检查（通则 0801），与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较，不得更浓（0.1%）。

硫酸盐 取氯化物项下供试品贮备溶液 2.0ml，用水稀释至 20ml，依法检查（通则 0802），与标准硫酸钾溶液 3.0ml 制成的对照液比较，不得更浓（0.3%）。

碳酸盐 取本品 0.10g，加水 5ml，煮沸，放冷，加醋酸 5ml，不得煮沸。

酸中不溶物 取本品 2.0g，加水 75ml，再分次加盐酸少量，随加随搅拌，至不再溶解，煮沸 5 分钟，用定量滤纸滤过，滤渣用水洗涤，至洗液不再显氯化物的反应，炽灼至恒重，遗留残渣不得过 2.0mg（0.10%）。

可溶性物质 取本品 1.0g，加水 100ml，煮沸 5 分钟，趁热滤过，滤渣用少量水洗涤，合并滤液与洗液，置经 105℃ 干燥至恒重的蒸发皿中，置水浴上蒸干，在 105℃ 干燥至恒重，遗留残渣不得过 2.0%。

炽灼失重 取本品 0.50g，精密称定，在 800~900℃ 炽灼至恒重，减失重量不得过 8.0%。

氧化钙 取新炽灼放冷的本品约 0.125g，精密称定，置 100ml 量瓶中，加入盐酸溶液（1→10）15ml，使溶解，再加入镧溶液（取氧化镧 58.65g，加水 400ml，边搅拌边加入盐酸 250ml，溶解后加水稀释至 1000ml。）2ml，用水稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。

同法制备空白溶液。

精密量取钙标准溶液适量，用水定量稀释制成每 1ml 中约含钙 100 μg 的溶液，分别精密量取 1、5、10 与 15ml 置于 100ml 量瓶中，加入盐酸溶液（1→10）15ml 与镧溶液 2ml，用水稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。

取空白溶液、供试品溶液与对照品溶液，照原子吸收分光光度法测定（通则 0406 第一法），以火焰为原子化器，在 422.7nm 的波长处测定，计算，即得。含钙按氧化钙计，不得过 1.5%。

铁盐 取本品 50mg，加稀盐酸 2ml 与水 23ml 溶解后，依法检查（通则 0807），与标准铁溶液 2.5ml 制成的对照液比较，不得更深（0.05%）。

锰盐 取本品 1.0g，加水 20ml、硝酸 5ml、硫酸 5ml 与磷酸 1ml，加热煮沸 2 分钟，放冷，加高碘酸钾 2.0g，再煮沸 5 分钟，放冷，移入 50ml 比色管中，用无还原性的水（每 1000ml 水中加硝酸 3ml 与高碘酸钾 5g，煮沸 2 分钟，放冷）稀释至刻度，摇匀，与标准锰溶液（取在 400~500℃ 炽灼至恒重的无水硫酸锰 0.275g，置 1000ml 量瓶中，加水适量使溶解并稀释

至刻度，摇匀。每 1ml 相当于 0.10mg 的 Mn) 0.30ml 用同一方法制成的对照液比较，不得更深 (0.003%)。

~~**重金属** 取本品 0.50g，加稀盐酸 10ml 与水 5ml，加热溶解后，煮沸 1 分钟，放冷，滤过，滤液中加酚酞指示液 1 滴，滴加氨试液适量使溶液显淡红色，加醋酸盐缓冲液 (pH3.5) 2ml 与水适量使成 25ml，加抗坏血酸 0.5g 溶解后，依法检查 (通则 0821 第一法)，放置 5 分钟比色，含重金属不得过百万分之二十。~~

~~**砷盐** 取氯化物项下供试品贮备溶液 10ml，加盐酸 5ml 与水 13ml 使溶解，依法检查 (通则 0822 第一法)，应符合规定 (0.0004%)。~~

~~**铅** 取本品 0.5g 两份，精密称定，分别置 50ml 量瓶中，一份用硝酸溶液 (3→100) 溶解并稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另一份中精密加入标准铅溶液 [精密量取铅元素标准溶液适量，用硝酸溶液 (3→100) 定量稀释制成每 1ml 中含铅 1 μ g 的溶液] 0.75ml，用硝酸溶液 (3→100) 溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。照原子吸收分光光度法 (通则 0406 第二法)，以石墨炉为原子化器，在 283.3nm 的波长处分别测定，应符合规定 (0.00015%)。~~

【含量测定】 取新炽灼失重项下的本品约 0.4g，精密称定，精密加硫酸滴定液 (0.5mol/L) 25ml 溶解后，加甲基橙指示液 1 滴，用氢氧化钠滴定液 (1mol/L) 滴定，并将滴定的结果用空白试验校正。根据消耗的硫酸量，减去混有的氧化钙 (CaO) 应消耗的硫酸量，即得供试品中 MgO 消耗的硫酸量。每 1ml 硫酸滴定液 (0.5mol/L) 相当于 20.15mg 的 MgO 或 28.04mg 的 CaO。

【类别】 药用辅料，填充剂和 pH 调节剂等。

【贮藏】 密封保存。

注：本品在空气中能缓缓吸收二氧化碳。本品在水或乙醇中几乎不溶或不溶；在稀盐酸或稀醋酸中溶解。为满足制剂安全性和有效性要求，必要时，可对本品的铅含量进行控制。

起草单位：广东省药品检验所

联系电话：020-81853846

复核单位：四川省食品药品检验检测院

碳酸镁药用辅料标准草案修订说明

- 1、锰盐。根据锰元素的考察结果，并结合 USP、EP 和 JP 的收载情况，删除锰盐检查项。
- 2、元素杂质。根据 ICHQ3D 原则进行元素杂质考察，结合 ICP-MS 方法对 1 类元素和 2A 类元素的考察评估结果，删除重金属检查项和砷盐检查项，铅作为提示信息列在注中。