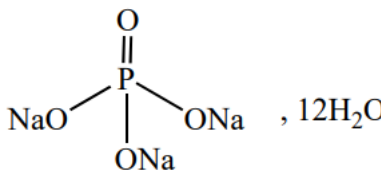


附件：磷酸钠十二水合物药用辅料标准草案公示稿

磷酸钠十二水合物

Linsuanna Shi' ershuihewu

Tribasic Sodium Phosphate Dodecahydrate

 $\text{Na}_3\text{P0}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 380.13

[10101-89-0]

本品按炽灼品计算，含 $\text{Na}_3\text{P0}_4$ 不得少于 92.0%。

【性状】本品为无色或白色结晶或块状物或结晶性粉末。

本品在水中易溶，在乙醇中几乎不溶。

【鉴别】本品的水溶液（1→20）显钠盐与磷酸盐的鉴别反应（通则 0301）。

【检查】**碱度** 取本品 1.0g，加水 10ml 溶解后，依法测定（通则 0631），pH 值应为 12.0~13.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 1.0g，加水 10ml，充分振摇使溶解，依法检查（通则 0901 与通则 0902），溶液应澄清无色。

氯化物 取本品 1.0g，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（0.005%）。

硫酸盐 取本品 2.0g，依法检查（通则 0802），与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较，不得更浓（0.01%）。

碳酸盐 取本品 2.0g，加水 10ml，煮沸，冷却后，加盐酸 2ml，应无气泡产生。

水中不溶物 取本品适量（相当于 10.0g 无水磷酸钠），加热水 100ml 使溶解，用经 105℃干燥至恒重的 4 号垂熔坩埚滤过，滤器用热水 200ml 分 10 次反

复洗涤，在 105℃干燥 2 小时，遗留残渣不得过 20mg (0.2%)。

游离碱 当含量测定项下的 $A \geq 2B$ 时，取含量测定项下测定结果并按下式计算，含游离碱不得过 1.5%。

$$\frac{(A-2B) \times 40.00}{W} \times 100\%$$

磷酸氢二钠 当含量测定项下的 $A < 2B$ 时，取含量测定项下测定结果并按下式计算，含磷酸氢二钠不得过 0.5%。

$$\frac{(2B-A) \times 358.14}{W} \times 100\%$$

炽灼失重 取本品 2.0g，在 110℃干燥 5 小时，再在 800℃炽灼 30 分钟，减失重量应为 45.0%~57.0%。

铁盐 取本品 1.0g，用水 20ml 溶解，加盐酸溶液 (1→2) 1ml 与 10% 磺基水杨酸溶液 2ml，摇匀，加氨试液 5ml，摇匀，如显色，与标准铁溶液 (通则 0807) 1.0ml 用同一方法制成的对照液比较，不得更深 (0.001%)。

重金属 取本品 2.0g，加水 15ml 溶解后，滴加盐酸调节溶液 pH 值约为 3.5，加醋酸盐缓冲液 (pH3.5) 2ml 与水适量使成 25ml，依法检查 (通则 0821 第一法)，含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品 1.0g，加水 23ml 溶解后，加盐酸 5ml，依法检查 (通则 0822 第一法)，应符合规定 (0.0002%)。

【含量测定】 取本品约 3.2g，精密称定，精密加入盐酸滴定液 (0.5mol/L) 50.0ml，缓缓煮沸除去二氧化碳，冷却，照电位滴定法 (通则 0701)，用氢氧化钠滴定液 (0.5mol/L) 滴定，按式 (1) 或式 (2) 计算含量，并将滴定的结果用空白试验校正。

$$\text{当 } A \geq 2B \text{ 时, Na}_3\text{PO}_4 \text{ 含量\%} = \frac{B \times 163.94}{W(1-L)} \times 100\% \quad (1)$$

$$\text{当 } A < 2B \text{ 时, Na}_3\text{PO}_4 \text{ 含量\%} = \frac{(A-B) \times 163.94}{W(1-L)} \times 100\% \quad (2)$$

$$A = \frac{(V_0 - V_1) \times F \times 0.5}{1000} \quad (3)$$

$$B = \frac{V_2 \times F \times 0.5}{1000} \quad (4)$$

式中 A 为滴定至第一个突跃点时相当于供试品消耗盐酸的量, mol;
 B 为从第一个突跃点滴定至第二个突跃点时消耗氢氧化钠的量, mol;
 F 为氢氧化钠滴定液的浓度校正因子;
 V_1 为第一个突跃点消耗的氢氧化钠滴定液体积, ml;
 V_2 为从第一个突跃点至第二个突跃点消耗的氢氧化钠滴定液体积,
ml;
 V_0 为空白溶液消耗的氢氧化钠滴定液体积, ml;
163.94 为 Na_3PO_4 的分子量;
 W 为供试品的取样量, g;
 L 为供试品的炽灼失重, %。

【类别】药用辅料, pH 调节剂和缓冲剂等。

【贮藏】密封保存。

注: 本品在水中易溶, 在乙醇中几乎不溶。

起草单位: 北京市药品检验研究院

联系电话: 010-52779601

复核单位: 湖南省药品检验检测研究院

磷酸钠十二水合物药用辅料标准草案起草说明

一、结构式

增加了磷酸钠十二水合物的结构式。

二、性状

外观根据所收集到样品的实际测定情况拟定, 增加描述“结晶性粉末”, 即“无色或白色结晶或块状物或结晶性粉末”; 将溶解性描述从“性状”项移至“注”项下。

三、碱度

将碱度限度规定为“12.0~13.0”。

四、水中不溶物

现行水中不溶物操作描述“滤器用热水反复洗涤”，考虑描述不明确，参考其他药用辅料水中不溶物项下描述，在拟定标准中修订为“滤器用热水 200ml 分 10 次反复洗涤”。

五、重金属、砷盐、铁盐

根据 ICH Q3D 指导原则，对本品的元素杂质进行评估后删除现行标准中的重金属、砷盐、铁盐检查项。