

附件:

硬脂酸镁

Yingzhisuan Mei

Magnesium Stearate

本品是镁与硬脂酸化合而成。系以硬脂酸镁($C_{36}H_{70}MgO_4$)与棕榈酸镁($C_{32}H_{62}MgO_4$)为主要成分的混合物。按干燥品计算,含Mg应为4.0%~5.0%。

【性状】本品为白色轻松无砂性的细粉;微有特臭;与皮肤接触有滑腻感。

本品在水、乙醇或乙醚中不溶。

【鉴别】(1)取本品 5.0g,置分液漏斗中,加入乙醚 50ml,摇匀,加入稀硝酸 20ml 与水 20ml,振摇至溶液完全溶解,放置分层,将水层移入另一分液漏斗中,用水提取乙醚层 2 次,每次 4ml,合并水层,用乙醚 15ml 清洗水层,将水层移至 50ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液,应显镁盐的鉴别反应(通则 0301)。

(2)在硬脂酸与棕榈酸相对含量检查项下记录的色谱图中,供试品溶液两主峰的保留时间应分别与对照品溶液两主峰的保留时间一致。

【检查】酸碱度 取本品 2.0g,加无水乙醇 6.0ml,搅拌使分散均匀,再加水使成 40.0ml,滤过,取续滤液 10.0ml,加溴麝香草酚蓝指示液 0.05ml,用盐酸滴定液(0.1mol/L)或氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液颜色发生变化,滴定液用量不得过 0.05ml。

氯化物 取鉴别(1)项下的供试品溶液 1.0ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 10.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.1%)。

硫酸盐 取鉴别(1)项下的供试品溶液 1.0ml,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 6.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.6%)。

干燥失重 取本品,在 80℃干燥至恒重,减失重量不得过 5.0%(通则 0831)。

铁盐 取本品 0.50g,炽灼灰化后,加稀盐酸 5ml 与水 10ml,煮沸,放冷,滤过,滤液加过硫酸铵 50mg,用水稀释成 35ml,依法检查(通则 0807),与标准铁溶液 5.0ml 用同一方法制成的对照液比较,不得更深(0.01%)。

镉盐 取本品 0.05g 两份,精密称定,分别置高压消解罐中,一份中加硝酸 2ml 消化后,定量转移至 100ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另一份中精密加入标准镉溶液(精密量取镉单元素标准溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含镉 0.3 μ g 的溶液) 0.5ml,同法操作,作为对照品溶液。照原子吸收分光光度法(通则 0406 第二法),在 228.8nm 的波长处分别测定吸光度,计算,应符合规定(0.0003%)。

镍盐 取本品 0.05g 两份,精密称定,分别置高压消解罐中,一份中加硝酸 2ml 消化后,定量转移至 10ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另一份中精密加入标准镍溶液(精密量取镍单元素标准溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含镍 0.5 μ g 的溶液) 0.5ml,同法操作,作为对照品溶液。照原子吸收分光光度法(通则 0406 第二法),在 232.0nm 的波长处分别测定吸光度,计算,应符合规定(0.0005%)。

重金属 取本品 2.0g,缓缓炽灼至完全炭化,放冷,加硫酸 0.5~1.0ml,使恰润湿,低温加热至硫酸除尽,加硝酸 0.5ml,蒸干,至氧化氮蒸气除尽,放冷,在 500~600℃炽灼使完全炭化,放冷,加盐酸 2ml,置水浴上蒸干后加水 15ml 与稀醋酸 2ml,加热溶解后,放冷,加醋酸缓冲液(pH3.5) 2ml 与水适量使成 25ml,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

硬脂酸与棕榈酸相对含量 取本品 0.1g,精密称定,置锥形瓶中,加三氟化硼的甲醇溶

液[取三氟化硼一水合物或二水合物适量(相当于三氟化硼 14g),加甲醇溶解并稀释至 100ml,摇匀]5ml,摇匀,加热回流 10 分钟使溶解,从冷凝管加正庚烷 4ml,再回流 10 分钟,冷却后加饱和氯化钠溶液 20ml,振摇,静置使分层,将正庚烷层通过装有无水硫酸钠 0.1g(预先用正庚烷洗涤)的玻璃柱,作为供试品溶液。照气相色谱法(通则 0521)试验。用聚乙二醇 20M 为固定相的毛细管柱,起始温度 70℃,维持 2 分钟,以每分钟 5℃的速率升温至 240℃,维持 5 分钟;进样口温度为 220℃,检测器温度为 260℃。分别称取棕榈酸甲酯与硬脂酸甲酯对照品适量,加正庚烷制成每 1ml 中分别约含 15mg 与 10mg 的溶液,精密取 1 μ l 注入气相色谱仪,调节检测灵敏度,使棕榈酸甲酯峰与硬脂酸甲酯峰的分离度应大于 3.0。精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用正庚烷稀释至刻度,摇匀,精密取 1 μ l 注入气相色谱仪,调节检测灵敏度,使棕榈酸甲酯峰与硬脂酸甲酯峰应能检出。再取供试品溶液 1 μ l 注入气相色谱仪,记录色谱图,按下式面积归一化法计算硬脂酸镁中硬脂酸在脂肪酸中的百分含量。

$$\text{硬脂酸百分含量}(\%) = \frac{A}{B} \times 100\%$$

式中 A 为供试品中硬脂酸甲酯的峰面积;

B 为供试品中所有脂肪酸酯的峰面积。

同法计算硬脂酸镁中棕榈酸在总脂肪酸中的百分含量。硬脂酸相对含量不得低于 40%,硬脂酸与棕榈酸相对含量的总和不得低于 90%。

微生物限度 取本品,依法检查(通则 1105 与通则 1106),每 1g 供试品中需氧菌总数不得过 1000cfu、霉菌及酵母菌总数不得过 100cfu,不得检出大肠埃希菌。

【含量测定】取本品约 0.2g,精密称定,加正丁醇-无水乙醇(1:1)溶液 50ml,加浓氨溶液 5ml 与氨-氯化铵缓冲液(pH10.0)3ml,再精密加乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L) 25ml 与铬黑 T 指示剂少许,混匀,于 40~50℃水浴上加热至溶液澄清,用锌滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液自蓝色转变为紫色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 1.215mg 的 Mg。

【类别】药用辅料,润滑剂。

【贮藏】密闭保存。

【标示】应标明产品的型号,标明粒径分布、比表面积的标示值。

起草单位:湖南省药品检验研究院

联系电话:0731-82275835

复核单位:广东省药品检验所