

滑石配方颗粒

Huashi Peifangkeli

【来源】 本品为硅酸盐类矿物滑石族滑石{主含含水硅酸镁 $[\text{Mg}_3(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2]$ }经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取滑石饮片 10000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 1.1%~5.0%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为白色或类白色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 （1）取本品适量，研细，取 0.2g，置铂坩埚中，加等量氟化钙或氟化钠粉末，搅拌，加硫酸 5ml，微热，立即将悬有 1 滴水的铂坩埚盖盖上，稍等片刻，取下铂坩埚盖，水滴出现白色浑浊。

（2）取本品适量，研细，取 0.5g，置烧杯中，加盐酸溶液（4→10）10ml，盖上表面皿，加热至微沸，不时摇动烧杯，并保持微沸 40 分钟，取下，用快速滤纸滤过，残渣用水洗涤 4~5 次，每次 10~20ml。取残渣约 0.1g，置铂坩埚中，加入硫酸（1→2）10 滴和氢氟酸 5ml，加热至冒白烟时，取下，冷却后，加水 10ml 使溶解，取溶液 2 滴，加镁试剂（取对硝基偶氮间苯二酚 0.01g 溶于 4%氢氧化钠溶液 1000ml 中）1 滴，滴加氢氧化钠溶液（4→10）使成碱性，应生成天蓝色沉淀。

（3）取样品适量，加水约 200ml，加热溶解至无团块，离心（每分钟 10000 转）5 分钟，沉淀加水适量振摇，离心（每分钟 10000 转）5 分钟，取沉淀置于容器中，于 75℃减压干燥至干，溴化钾压片法制备供试品，照红外分光光度法（中国药典 2020 年版通则 0402）试验，供试品的红外光吸收图谱应在 $3677\text{cm}^{-1}\pm 2\text{cm}^{-1}$ ， $1018\text{cm}^{-1}\pm 2\text{cm}^{-1}$ ， $669\text{cm}^{-1}\pm 2\text{cm}^{-1}$ 波数处有特征吸收。

【检查】 重金属 取本品适量，研细，取 5g，精密称定，置锥形瓶中，加 0.5mol/L 盐酸溶液 25ml，摇匀，水浴加热回流 30 分钟，放冷，用中速滤纸滤过，滤液置 100ml 量瓶中，用热水 25ml 分次洗涤容器及残渣，滤过，洗液并入同一量瓶中，放冷，加水至刻度，摇匀，作为供试品溶液。

取供试品溶液 5.0ml, 置 25ml 纳氏比色管中, 加醋酸盐缓冲液 (pH3.5) 2ml, 再加水稀释至刻度, 依法检查 (中国药典 2020 年版通则 0821 第一法), 含重金属不得过 40mg/kg。

砷盐 取重金属项下供试品溶液 20ml, 加盐酸 5ml, 依法检查 (中国药典 2020 年版通则 0822 第一法), 含砷盐不得过 2mg/kg。

其他 除溶化性外, 应符合颗粒剂项下有关的各项规定 (中国药典 2020 年版通则 0104)。

【含量测定】 取本品适量, 研细, 取约 0.2g, 精密称定, 置于盛有无水碳酸钠 4g 的铂坩埚中, 混匀, 上面再覆盖无水碳酸钠 1g, 盖好坩埚盖, 1000℃熔融处理 40 分钟, 取出, 放冷, 在坩埚中加入少量热水使残渣脱落, 用 2% 盐酸溶液 5ml 分次冲洗坩埚, 一并移入 250ml 烧杯中, 于杯口缓慢加入盐酸 15ml, 立即盖上表面皿, 待反应完全后, 将烧杯置电炉上加热, 浓缩至近干, 放冷, 加入盐酸 10ml, 置水浴锅加热溶解, 再加入 1% 明胶溶液^[注 1] 5ml, 充分搅拌, 水浴保温 10 分钟, 加热水 30ml, 搅拌, 趁热滤过, 滤液置 100ml 量瓶中, 用热水洗涤容器及残渣, 洗液一并移入量瓶中, 放冷, 加水至刻度, 摇匀, 作为钙、镁总量测定溶液。

另取本品适量, 研细, 取约 0.2g, 精密称定, 置 250ml 烧杯中, 加入 40% 盐酸溶液 (40→100) 40ml, 盖上表面皿, 置电炉上加热至微沸, 用玻璃棒时时搅拌, 保持微沸 40 分钟, 用 40% 盐酸溶液 (40→100) 冲洗表面皿, 洗液并入烧杯中, 浓缩至近干, 放冷, 加入 40% 盐酸溶液 (40→100) 2ml, 加水稀释至 20ml, 加热煮沸, 滤过, 滤液置 100ml 量瓶中, 用热水洗涤容器及残渣, 洗液一并移入量瓶中, 放冷, 加水至刻度, 摇匀, 作为可溶性钙、镁测定溶液。

分别精密量取上述两种溶液各 50ml, 分别加入酒石酸钾钠-三乙醇胺混合溶液^[注 2] 5ml 和甲基红指示剂 2 滴, 用氨-氯化铵缓冲溶液^[注 3] 中和至黄色并过量 6ml, 加入酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂^[注 4] 6 滴, 用乙二胺四醋酸二钠滴定液

(0.05mol/L) 滴定至溶液由酒红色变成纯蓝色。按公式 (1) 分别计算钙、镁总量及可溶性钙、镁含量 (X%)。

$$\text{计算公式: } X\% = \frac{c \times V \times 24.30}{500 \times w} \times 100\% \quad (1)$$

$$\text{硅酸镁含量} = (\text{钙、镁总量} - \text{可溶性钙镁含量}) \times 5.20 \quad (2)$$

式中 c 为乙二胺四醋酸二钠滴定液的浓度, mol/L ;

V 为消耗乙二胺四醋酸二钠滴定液的体积, ml ;

w 为称样量, g ;

24.30 为镁的原子量。

5.20 为镁换算为硅酸镁的系数。

本品每 1g 含硅酸镁 $[\text{Mg}_3(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2]$ 应为 $57\text{mg}\sim 455\text{mg}$ 。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 10g

【贮藏】 密封。

注:

[1] 1%明胶溶液: 取明胶 1g , 加水 100ml , 加热使溶解(临用时配制), 混匀, 即得。

[2] 酒石酸钾钠-三乙醇胺混合溶液: 取酒石酸钾钠 80g , 加水 300ml 使溶解, 加入三乙醇胺 100ml , 混匀, 即得。

[3] 氨-氯化铵缓冲溶液 ($\text{pH}=10$): 取氯化铵 67.5g , 加水 300ml 使溶解, 加入氢氧化铵 570ml , 用水稀释至 1000ml , 混匀, 即得。

[4] 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂: 取酸性铬蓝 K 0.2g 和萘酚绿 B 0.34g , 溶解于水中, 稀释至 100ml , 混匀, 即得。