

# 湖南省药品监督管理局

## 中药配方颗粒标准

湘 PF2024006

### 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 $[Mg_3(Si_4O_{10})(OH)_2]$ }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  $3677cm^{-1} \pm 2cm^{-1}$ ， $1018cm^{-1} \pm 2cm^{-1}$ ， $669cm^{-1} \pm 2cm^{-1}$  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<sup>[注 1]</sup>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<sup>[注 2]</sup>5ml 和甲基红指示剂 2 滴，用氨-氯化铵缓冲溶液<sup>[注 3]</sup>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<sup>[注 4]</sup>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 57mg~455mg。

**【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 (pH=10): 取氯化铵 67.5g, 加水 300 ml 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。