

状;水溶液显中性反应。

【鉴别】(1)取本品约 1g,加水 65ml,煮沸,不断搅拌使溶解,用热水补足蒸散的水分,放冷至 32~39℃,即凝结成半透明有弹性的凝胶状物,加热至 85℃时复融化。

(2)取本品(如为条状,应剪碎),浸入 0.02mol/L 碘溶液中,数分钟后,染成棕黑色,取出,加水浸渍后渐变紫色。

(3)取本品约 0.1g,加水 20ml,加热使溶解;取 4ml,加盐酸 0.5ml,置水浴上加热 30 分钟,加氢氧化钠试液 3ml 与碱性酒石酸铜试液 6ml,置水浴中加热,即生成红色沉淀。

【检查】吸水力 取本品 5.0g,置 100ml 量筒中,加水至 100ml,搅匀,在 25℃静置 24 小时,经湿润的玻璃棉滤入另一量筒中,滤液的总量不得过 75ml。

淀粉 取本品 0.10g,加水 100ml,煮沸溶解后,放冷,加碘试液 2 滴,不得显蓝色。

凝胶 取本品 1.0g,置烧杯中,加水 100ml,置水浴上加热溶解后,放冷至 50℃,取 5ml,加 0.2mol/L 重铬酸钾溶液与 3mol/L 盐酸溶液的混合溶液(4:1)2~3 滴,不得出现黄色沉淀。

水中不溶物 取本品约 1.5g,精密称定,置烧杯中,加水至 200ml,煮沸,边煮边搅拌,使琼脂完全溶解,趁热用已恒重的 3 号垂熔玻璃坩埚滤过,烧杯用热水分数次洗涤,滤过,滤渣在 105℃干燥至恒重,遗留残渣不得过 15mg(1.0%)。

杂质 取本品 250g,平铺,肉眼或放大镜(5~10 倍)观察,将杂质拣出,杂质不得过 1.0%。

酸不溶性灰分 取灰分项下遗留的残渣,在坩埚中加 3mol/L 盐酸溶液 25ml,煮沸 5 分钟,用无灰滤纸滤过,坩埚内的残渣用水洗于滤纸上,滤渣连同滤纸移至同一坩埚中,缓慢升温,按灰分项下方法炽灼至恒重,遗留酸不溶性灰分不得过 0.5%。

干燥失重 取本品(如为条状,应剪碎),在 105℃干燥 5 小时,减失重量不得过 20.0%(通则 0831)。

灰分 取本品 1.0g,依法检查(通则 2302),炽灼温度为 650℃±25℃,遗留残渣不得过 5.0%。

重金属 取本品 0.50g,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之四十。

砷盐 取本品 1.0g,加硫酸 5ml 充分润湿(可适当增加硫酸加入量,但不得超过 10ml),缓慢加热,控制加热温度不超过 120℃,小心滴加 30%过氧化氢溶液,终止加热,分次振摇使混合均匀,待反应平静后再次加热,重复上述操作,使过氧化氢量始终保持在稍过量状态,至混合物变成棕色或者黑色时,再加少量的 30%过氧化氢溶液,继续消化并逐渐升温,直至三氧化二硫被完全除尽,溶液变成无色或淡黄色;放冷,缓缓加水 10ml,混匀,继续加热除尽浓烟,重复数次至过氧化氢全部除尽;放冷,加水 10ml,用水冲洗容器的边沿和内壁使成 35ml。取标准砷溶液 3.0ml 同法处理,依法检查(通则 0822 第二法),应符合规定(0.0003%)。

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 10^3 cfu,霉菌和酵母菌总数不得过 10^2 cfu,不得检出大肠埃希菌。

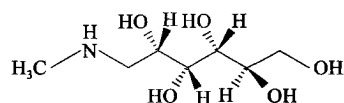
【类别】药用辅料,助悬剂和释放阻滞剂等。

【贮藏】密闭保存。

葡甲胺

Pujia'an

Meglumine



$C_7H_{17}NO_5$ 195.21

[6284-40-8]

本品为 1-脱氧-1-(甲氨基)-D-山梨醇。按干燥品计算,含 $C_7H_{17}NO_5$ 不得少于 99.0%。

【性状】本品为白色结晶性粉末。

本品在水中易溶,在乙醇中略溶,在三氯甲烷中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 128~132℃。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.10g 的溶液,在 25℃时,依法测定(通则 0621),比旋度为 -16.0°至 -17.0°。

【鉴别】(1)取本品约 20mg,置洁净的试管中,加水 2ml 溶解后,加氨制硝酸银试液 1ml,摇匀,置水浴中加热,银即游离并附在管的内壁成银镜。

(2)取本品约 10mg,加三氯化铁试液 1ml,滴加 20%氢氧化钠溶液 2ml,初显棕红色沉淀,随即溶解成棕红色溶液。

(3)取本品约 50mg,加二硫化碳的饱和水溶液 1ml 溶解后,加 4%硫酸镍溶液数滴,即显黄绿色,并生成黄绿色沉淀。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照图谱(光谱集 463 图)一致。

【检查】溶液的澄清度与颜色 取本品 2.0g,加水 10.0ml 溶解,溶液应澄清,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 420nm 的波长处测定吸光度,不得过 0.030。

氯化物 取本品 0.50g,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(0.01%)。

硫酸盐 取本品 2.0g,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(0.015%)。

还原性物质 取本品 2.0g,加水 20.0ml 溶解后,取溶液 2.5ml,加碱性酒石酸铜试液 2ml,水浴加热 10 分钟,冷却 1 分钟并超声 20 秒。立即用微孔滤膜(直径 25mm,孔径

0.45 μ m)滤过,用水 10ml 清洗容器及滤膜。另取葡萄糖 20mg,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,取溶液 2.5ml,自“加碱性酒石酸铜试液”起同法操作,供试品滤膜的颜色不得深于对照滤膜的颜色。含还原性物质以葡萄糖计,不得过 0.2%。

有关物质 取本品,用水溶解并稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,作为供试品溶液;精密量取供试品溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含 50 μ g 的溶液,作为对照溶液。照高效液相色谱法(通则 0512)测定。用磺烷基阳离子交换键合硅胶为填充剂,以水-甲酸-三氟乙酸(100:0.3:0.05)为流动相,柱温 35℃,示差折光检测器。量取供试品溶液 10 μ l,注入液相色谱仪,葡甲胺峰与相邻杂质峰的分度应符合要求。精密量取供试品溶液与对照溶液各 10 μ l,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.25%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

镍盐 取本品 1.0g,炽灼灰化后,残渣中加硝酸 0.5ml,蒸干至氧化亚氮蒸气除尽后,放冷,加盐酸 2ml,置水浴上蒸干,加水 5ml 使溶解并移至纳氏比色管中,加溴试液 1 滴,振摇 1 分钟,加氨试液使成碱性,加丁二酮肟试液 1ml,摇匀,放置 5 分钟,如显色,与标准镍溶液(取含结晶水的硫酸镍适量,按干燥品计算,用水溶解并稀释制成每 1ml 中含 Ni 1.0 μ g 的溶液)5.0ml,自“加溴试液 1 滴”起,用同法处理后的颜色比较,不得更深(0.0005%)。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品 2.0g,置坩埚中,加 2%硝酸镁乙醇溶液 10ml,点燃,燃尽后,先用小火灼烧使炭化,再在 500~600℃炽灼至灰化,如未灰化完全,加少量硝酸湿润,蒸干,至氧化亚氮蒸气除尽后,放冷,继续在 500~600℃炽灼至完全灰化,放冷后,加 5ml 盐酸,水浴加热使残渣溶解,加水 23ml,作为供试品溶液,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0001%)。

【含量测定】 取本品约 0.4g,精密称定,加水 20ml 溶解后,加甲基红指示液 2 滴,用盐酸滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 盐酸滴定液(0.1mol/L)相当于 19.52mg 的 C₆H₈CaO₈·4H₂O。

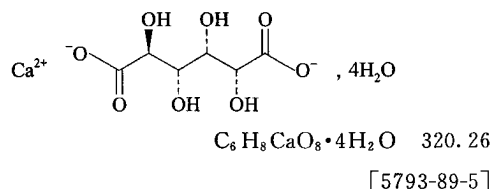
【类别】 药用辅料, pH 调节剂和增溶剂等。

【贮藏】 遮光,密封保存。

葡萄糖二酸钙

Putaoatang' ersuangai

Calcium Saccharate



本品为葡萄糖二酸钙盐四水合物。含 C₆H₈CaO₈·4H₂O 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的粉末或结晶性粉末。

本品在稀盐酸或稀硝酸中易溶;在沸水中微溶;在冷水中极微溶;在乙醇、乙醚或三氯甲烷中不溶。

比旋度 取本品适量,精密称定,加 4.8mol/L 的盐酸溶液溶解,并定量稀释成每 1ml 含 60mg 的溶液(如溶液不澄清,应滤过),20℃恒温放置 30 分钟后,立即依法测定(通则 0621),比旋度应为 +17.5°~+21.5°。

【鉴别】 (1)取本品 0.2g,加盐酸 1ml 和水 10ml 使溶解,溶液显钙盐的鉴别反应(通则 0301)。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 氯化物 取本品 0.10g,加稀硝酸 10ml 使溶解,加水 30ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 7.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.07%)。

硫酸盐 取本品 0.50g,加稀盐酸 2ml 使溶解,加水 40ml,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(0.12%)。

蔗糖和还原糖类 取本品 0.50g,加盐酸 0.5ml 和水 10ml 使溶解,煮沸 2 分钟,冷却,加入碳酸钠试液 15ml,放置 5 分钟后,过滤,取滤液 5ml,加入到 2ml 的碱性酒石酸铜试液中,煮沸 1 分钟,不得立即生成红色沉淀。

重金属 取本品 1.0g,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

微生物限度 取本品,依法检查(通则 1105 与通则 1106),每 1g 中需氧菌总数不得过 10³cfu,霉菌和酵母菌总数不得过 10²cfu,不得检出大肠埃希菌。

【含量测定】 取本品约 0.6g,精密称定,置 250ml 锥形瓶中,加盐酸 0.5ml 和水 10ml,振摇使溶解,再加入水 140ml,边搅拌边精密加入乙二胺四乙酸二钠滴定液(0.05mol/L)30ml,加入 1mol/L 氢氧化钠溶液 15ml 和羟基萘酚蓝指示液 5 滴,继续滴定至溶液由紫红色转变为纯蓝色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 乙二胺四乙酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 16.01mg 的 C₆H₈CaO₈·4H₂O。