

生石膏配方颗粒

Shengshigao Peifangkeli

【来源】 本品为硫酸盐类矿物石膏族石膏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】 取生石膏饮片 12500g，加水煎煮，滤过，浓缩成清膏，（干浸膏出膏率为 1.6%~3.7%），加入辅料适量，混匀，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为类白色至黄白色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 （1）取本品 0.2g，研细，加稀盐酸 10ml，加热使溶解，溶液显钙盐（中国药典 通则 0301）的鉴别反应。

（2）取本品 0.2g，研细，加稀硝酸 10ml，加热使溶解，溶液显硫酸盐（中国药典 通则 0301）的鉴别反应。

（3）取本品适量，研细，照 X 射线衍射法（中国药典 通则 0451 第二法）试验，供试品的 X 射线粉末衍射图谱应具备 11 个特征衍射峰，其衍射角（ 2θ ）应为：峰 1（11.497）、峰 2（20.606）、峰 3（23.299）、峰 4（29.161）、峰 5（31.141）、峰 6（33.359）、峰 7（40.567）、峰 8（43.577）、峰 9（47.853）、峰 10（50.468）、峰 11（56.807）。

【特征图谱】 照离子色谱法（中国药典 通则 0513）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以苯乙烯-二乙烯基苯有机聚合物为填充剂；检测器为电导检测器；检测方式为抑制电导；以 20mmol/L 甲烷磺酸溶液为淋洗液；流速为 0.8ml/min；柱温为 30℃；理论板数按 Ca^{2+} 峰计算应不低于 2500，理论板数按 Mg^{2+} 峰计算应不低于 2500。

参照物溶液的制备 取水中钠成分分析标准物质适量，加水制成每 1ml 含 Na^+ 2 μg 的溶液；另取钾单元素溶液标准物质、镁单元素溶液标准物质适量，加水制成每 1ml 含 Mg^{2+} 、 K^+ 1.5 μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，置量瓶中，加 0.54% 甲烷磺酸溶液 20ml，充分振摇使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 5 μl ，注入离子色谱仪，测定，即得。

江苏省中药配方颗粒质量标准公示稿

供试品溶液色谱中应呈现 3 个特征峰，并应与对照品参照物溶液色谱中的 3 个特征峰保留时间相对应，供试品溶液中 3 个特征峰的峰面积与参照物溶液中 3 个特征峰的峰面积比值不得小于 0.9，以 Mg^{2+} 参照物保留时间相应的峰为参照峰 S 峰，计算峰 2(K^+)与 S 峰的相对峰面积，规定峰 2(K^+)相对峰面积 ≥ 0.18 。

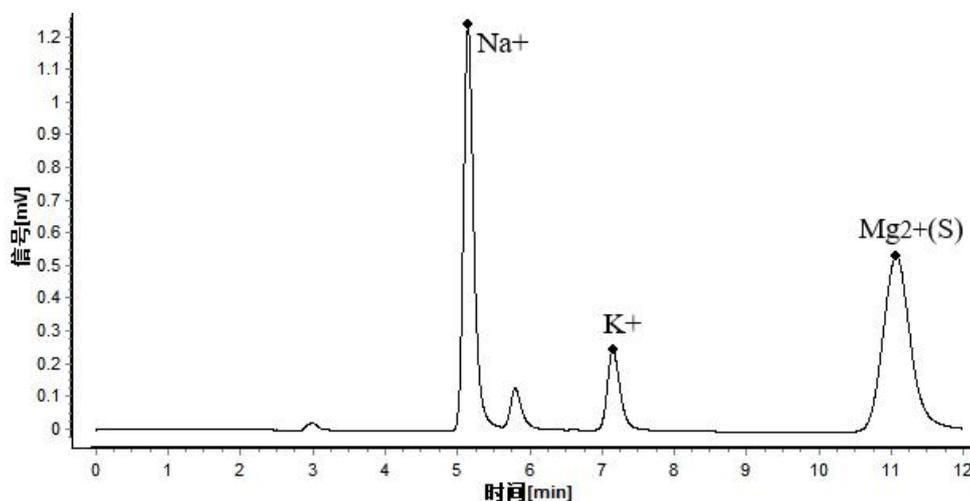


图 1 生石膏配方颗粒对照特征图谱

参考色谱柱：IonPac CS12A 阳离子分析柱（250mm×4mm，8 μ m）
IonPac CG12A 阳离子保护柱（50mm×4mm，8 μ m）

【检查】 重金属 取本品 8g，研细，加冰醋酸 4ml 与水 96ml，煮沸 10 分钟，放冷，加水至原体积，滤过。取滤液 25ml，依法检查（中国药典 通则 0821 第一法），含重金属不得过 10mg/kg。

重金属及有害元素 照铅、镉、砷、汞测定法（中国药典 通则 2321）测定，铅不得过 5mg/kg；镉不得过 1mg/kg；砷不得过 1mg/kg；汞不得过 0.2mg/kg。

水分 照水分测定法（中国药典 通则 0832）第二法（烘干法）测定，水分不得超过 15.0%。

其他 除溶化性外，应符合颗粒剂项下（中国药典 通则 0104）有关的规定。

【含量测定】 含水硫酸钙（ $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ ） 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置锥形瓶中，加稀盐酸 10ml，加热使溶解，加水 100ml 与甲基红指示液 1 滴，滴加氢氧化钾试液至溶液显浅黄色，再继续多加 5ml，加钙黄绿素指示剂少量，用乙二胺四醋酸二钠滴定液（0.05mol/L）滴定，至溶液的黄绿色荧光消失，并显橙色。记录所消耗乙二胺四醋酸二钠滴定液的体积，计算，即得。每

江苏省中药配方颗粒质量标准公示稿

1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 8.608mg 的含水硫酸钙($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

本品每 1g 含含水硫酸钙($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)应为 200.0mg~530.0mg。

Ca^{2+} 照离子色谱法(中国药典 通则 0513)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以苯乙烯-二乙烯基苯有机聚合物为填充剂(IonPac CS12A 阳离子分析柱,柱长为 250mm,内径为 4mm,粒径为 $8\mu\text{m}$;与 IonPac CG12A 阳离子保护柱,柱长为 50mm,内径为 4mm,粒径为 $8\mu\text{m}$,或其他适宜的色谱柱);检测器为电导检测器;检测方式为抑制电导;以 20mmol/L 甲烷磺酸溶液为淋洗液;流速为 0.8ml/min;柱温为 30°C ;理论板数按 Ca^{2+} 峰计算应不低于 2500。

对照品溶液的制备 取水中钙元素溶液标准物质适量,精密称定,加水制成每 1ml 含 Ca^{2+} $5\mu\text{g}$ 的溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量,研细,取约 0.1g,精密称定,置量瓶中,精密加入 3.80%盐酸溶液 20ml,充分振摇使溶解,摇匀,再精密量取上述溶液 0.1ml,加水稀释至 10ml,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 $5\mu\text{l}$,注入离子色谱仪,测定,即得。

本品每 1g 含钙离子(Ca^{2+})应为 50.0mg~120.0mg。

SO_4^{2-} 照离子色谱法(中国药典 通则 0513)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以乙基乙烯基苯-二乙烯基苯有机聚合物为填充剂(IonPac AS14 阴离子分析柱,柱长为 250mm,内径为 4mm,粒径为 $9\mu\text{m}$;与 IonPac AG14 阴离子保护柱,柱长为 50mm,内径为 4mm,粒径为 $9\mu\text{m}$,或其他适宜的色谱柱);检测器为电导检测器;检测方式为抑制电导;以碳酸钠-碳酸氢钠(4.5mmol/L:1.4mmol/L)为淋洗液;流速为 1.2ml/min;柱温为 30°C ;理论板数按 SO_4^{2-} 峰计算应不低于 2500。

对照品溶液的制备 取硫酸盐溶液标准物质适量,精密称定,加水制成每 1ml 含 SO_4^{2-} $10\mu\text{g}$ 的溶液。

供试品溶液的制备 同【含量测定】 Ca^{2+} 项。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 $5\mu\text{l}$,注入离子色谱仪,测定,

即得。

本品每 1g 含硫酸根离子 (SO_4^{2-}) 应为 120.0mg~300.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 12.5g

【贮藏】 密封。

江苏省中药配方颗粒质量标准公示稿