

附件：羧甲淀粉钠药用辅料标准草案公示稿

## 羧甲淀粉钠

Suojia Dianfenna

Sodium Starch Glycolat

本品为淀粉在碱性条件下与氯乙酸作用生成的淀粉羧甲基醚的钠盐。

**【性状】**本品为白色或类白色粉末。

本品在乙醇中不溶。

**【鉴别】**（1）取本品适量，用液体石蜡装片（通则2001），置显微镜下观察。马铃薯淀粉特征为单粒，呈卵圆形或梨形，直径在30~100 μm，偶见超过100 μm；或圆形，大小为10~35 μm；偶见有2~4个淀粉粒组成的复合颗粒；呈卵圆形或梨形的颗粒，脐点偏心；呈圆形的颗粒，脐点无中心或略带不规则脐点；在偏光显微镜下，十字交叉位于颗粒脐点处。玉米淀粉特征为单粒，呈多角形或类圆形，直径在5~30 μm；脐点中心性，呈圆点状或星状；层纹不明显；在偏光显微镜下观察，十字交叉位于颗粒脐点处。A、B、C型应符合马铃薯淀粉显微特征，D型应符合玉米淀粉显微特征。

（2）取本品约0.1g，加水5ml，摇匀，加碘试液1滴，即显蓝色。

（3）本品显钠盐鉴别（1）的反应（通则0301）。

**【检查】酸碱度** 取本品1.0g，加水100ml振摇分散后，依法测定（通则0631），应符合附表规定。

**氯化钠** 取本品约0.5g，精密称定，置250ml锥形瓶中，加水150ml，摇匀，加铬酸钾指示液1ml，用硝酸银滴定液（0.1mol/L）滴定。每1ml硝酸银滴定液（0.1mol/L）相当于5.844mg的NaCl。按干燥品计算，应符合附表规定。

**乙醇酸钠** 避光操作。取本品0.2g，精密称定，置烧杯中，加5mol/L醋酸溶液与水各5ml，搅拌约15分钟至乙醇酸钠溶解；加丙酮50ml与氯化钠1g，搅拌使羧甲淀粉完全沉淀，滤过，滤液置100ml量瓶中，加丙酮稀释至刻度，摇匀；静置24小时，取上清液作为供试品溶液。

取室温减压干燥12小时的乙醇酸0.310g，精密称定置500ml量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml，置100ml量瓶中，加5mol/L醋酸溶液5ml，静置30分钟，加丙酮80ml和氯化钠1g，摇匀，加丙酮稀释至刻度，摇匀，静置24小时，作为对照溶液。

取供试品溶液和对照溶液各2.0ml，分别置25ml纳氏比色管中，水浴加热至丙酮挥去，放冷，加2,7-二羟基萘硫酸溶液（取2,7-二羟基萘10mg，加硫酸100ml溶解，放置至颜色褪去，2天内使用）20ml，密塞，摇匀，置水浴中加热20分钟，冷却。供试品溶液与对照溶液比较，颜色不得更深。

必要时，取上述两种溶液，照紫外-可见分光光度法（通则0401），10分钟内，在540nm波长处测定吸光度，计算，含乙醇酸钠不得过2.0%。

**氯乙酸** 取本品约0.5g，精密称定，置50ml离心管中，加水适量，振摇约1分钟，离心，

将上清液定量转移至25ml量瓶中，残渣再用水同法提取两次，合并上清液至同一25ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液。

取氯乙酸对照品约50mg，精密称定，置50ml量瓶中，用水稀释至刻度，精密量取适量，用水稀释制成每1ml中含氯乙酸40 $\mu$ g的溶液，作为对照品溶液。

取氯乙酸和氯化钠适量，用水溶解并稀释制成每1ml中各含2 $\mu$ g的混合溶液，作为系统适用性溶液。

照离子色谱法（通则0513）试验，以烷醇季铵为功能基的乙基乙烯基苯-二乙烯基苯聚合物树脂作为填料的阴离子交换色谱柱（或效能相当的色谱柱）；柱温30℃；淋洗液为10mmol/L 氢氧化钾溶液，流速为每分钟1.0ml；抑制型电导检测器，检测池温度为35℃。精密量取系统适用性溶液25 $\mu$ l，注入离子色谱仪，记录色谱图，氯乙酸峰与氯离子峰的分度应符合要求。精密量取供试品溶液与对照品溶液各25 $\mu$ l，分别注入离子色谱仪，按外标法以峰面积计算，含氯乙酸不得过0.2%。

**干燥失重** 取本品，在130℃干燥90分钟，应符合附表规定（通则0831）。

**铁盐** 取本品0.50g，置坩埚中，缓缓炽灼至完全炭化，放冷；加硫酸0.5ml使湿润，低温加热至硫酸蒸气除尽后，在550~600℃炽灼使完全灰化，放冷，加稀盐酸4ml，在60℃水浴中加热10分钟，同时搅拌使溶解，放冷（必要时滤过），移至50ml纳氏比色管中，依法检查（通则0807），与标准铁溶液1.0ml用同一方法制成的对照液比较，不得更深（0.002%）。

**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。

**【含量测定】**取本品1g，置锥形瓶中，加入80%乙醇20ml，搅拌，过滤；重复操作至滤液用硝酸银试液检查不含氯化物为止。取滤渣在105℃干燥至恒重，取约0.45g，精密称定，置150ml锥形瓶中，加冰醋酸50ml，摇匀，沸水浴上加热回流2小时，放冷，移至100ml烧杯中，锥形瓶用冰醋酸洗涤3次，每次5ml，洗液并入烧杯中，照电位滴定法（通则0701），用高氯酸滴定液（0.1mol/L）滴定，并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml高氯酸滴定液（0.1mol/L）相当于2.299mg的Na。按80%乙醇溶液洗过的干燥品计算，应符合附表规定。

**【类别】**药用辅料—崩解剂和填充剂等。

**【贮藏】**密封，在干燥处保存。

**【标示】**①应标明本品的淀粉原料来源、型号。②应标明本品粒度和粒度分布。③A、B、D 型应标明膨胀体积的标示值或范围。（可按下述测定方法测定）

**粒度和粒度分布** 取本品，照粒度和粒度分布测定法（通则0982第三法）测定，用激光散射粒度分布仪，采用干法测定。

**膨胀体积** 取供试品1.0g，置内径约为25mm 的100ml具塞量筒中，并使其平铺于量筒底部。缓缓加水50ml并开始计时，加水时不能使样品冲起，加水完毕后，时时敲打量筒外壁，使供试品内气泡排除，记录供试品于15分钟时的体积，若表面不平整，取最高点与最低点的平均值计算。

**附表 酸碱度、氯化钠、干燥失重与含量的限度**

型号	酸碱度	氯化钠 (%)	干燥失重 (%)	含量 (%)
A	5.5~7.5	6.0	10.0	2.8~4.2
B	3.0~5.0	6.0	10.0	2.0~3.4
C	5.5~7.5	1.0	7.0	2.8~5.0
D	5.5~7.5	6.0	10.0	2.0~4.0

注：本品有引湿性。本品在乙醇中不溶。

起草单位：广东省药品检验所

联系电话：020-81853846

复核单位：天津市药品检验研究院

### 羧甲淀粉钠药用辅料标准草案起草说明

根据 ICHQ3D 原则进行元素杂质考察，结合 ICP-MS 方法对 1 类元素和 2A 类元素的考察评估结果，删除重金属检查项。