

附件：黑氧化铁药用辅料标准草案公示稿（第三次）

黑氧化铁

Hei Yanghuatie

Ferrosoferric Oxide

$\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{FeO}$ 231.53

[1317-61-9]

本品按炽灼至恒重后计算，含 Fe_2O_3 不得少于 96.0%。

【性状】 本品为黑色粉末。

本品在水中不溶。在沸盐酸中易溶。

【鉴别】 取本品约 0.1g，加稀盐酸 5ml，煮沸冷却后，溶液显铁盐的鉴别反应（通则 0301）。

【检查】水中可溶物 取本品 2.0g，加水 100ml，置水浴上加热回流 2小时，滤过，滤渣用少量水洗涤，合并滤液与洗液，置经 105℃恒重的蒸发皿中，蒸干，在 105℃干燥至恒重，遗留残渣不得过 10mg（0.5%）。

酸中不溶物 取本品 2.0g，加盐酸 25ml，置水浴中加热使溶解，加水 100ml，用经 105℃恒重的 4 号垂熔坩埚滤过，滤渣用盐酸溶液（1→100）洗涤至洗液无色，再用水洗涤至洗液不显氯化物的反应，在 105℃干燥至恒重，遗留残渣不得过 6mg（0.3%）。

钡盐 取本品 0.2g，加盐酸 5ml，加热使溶解，滴加过氧化氢试液 1 滴，再加 10%氢氧化钠溶液 20ml，滤过，滤渣用水 10ml 洗涤，合并滤液与洗液，加硫酸溶液（2→10）10ml，不得显浑浊。

铅 取本品 2.5g，置 100ml 具塞锥形瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液 35ml，搅拌 1 小时，滤过，滤渣用 0.1mol/L 盐酸溶液洗涤，合并滤液与洗液，置 50ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。另取标准铅溶液 2.5ml，置 50ml 量瓶中，加 1mol/L 盐酸溶液 5ml，加水稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。照原子吸收分光光度法（通则 0406），在 217.0nm 的波长处分别测定。供试品溶液的吸光度不得大于对照品溶液（0.001%）。

取本品 0.5g，精密称定，置 100ml 量瓶中，加盐酸 5ml，置水浴上加热使溶解，放冷，用水稀释至刻度，摇匀，作为供试品贮备液。精密量取供试品贮备液 5ml，置 50ml 量瓶中，用 2% 硝酸稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。

另取标准铅溶液（精密量取铅单元素标准溶液适量，用 2% 硝酸定量稀释制成每 1ml 中含铅 10μg 的溶液）1.0ml，置 100ml 量瓶中，用 2% 硝酸稀释至刻度，摇匀，作为对照品贮备溶液。精密量取供试品贮备液 5ml 及对照品贮备液 2.5ml 置同一 50ml 量瓶中，用

2%硝酸稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。

取供试品溶液和对照品溶液，以石墨炉为原子化器，并以磷酸二氢铵-硝酸钡溶液（称取 0.02g硝酸钡，置 100ml容量瓶中，加少量 5%硝酸溶液溶解后，再加入 2g磷酸二氢铵，溶解后用 5%硝酸溶液稀释至刻度，摇匀，即得）作为基体改进剂，照原子吸收分光光度法（通则 0406 第二法），在 283.3nm的波长处分别测定吸光度，应符合规定（0.001%）。

镍 取铅项下供试品溶液，作为供试品溶液；另取镍单元素标准溶液适量，用 2%硝酸定量稀释制成每 1ml中分别含 0、0.01、0.02、0.04、0.08、0.1 μ g的溶液，作为对照品溶液。

照原子吸收分光光度法（通则 0406 第一法），以石墨炉为原子化器，在 232.0nm 波长处分别测定，计算，即得。含镍不得过 0.02%。

砷盐 取本品 0.67g，加盐酸 7ml，加热使溶解，加水 21ml，滴加酸性氯化亚锡试液使黄色褪去，依法检查（通则0822 第一法），应符合规定（0.0003%）。

【含量测定】取经 800 $^{\circ}$ C 炽灼至恒重的本品约 0.15g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加盐酸 5ml，置水浴上加热使溶解，加过氧化氢试液 2ml，加热至沸数分钟，加水 25ml，放冷，加碘化钾 1.5g与盐酸 2.5ml，密塞，摇匀，在暗处静置 15分钟，用硫代硫酸钠滴定液（0.1mol/L）滴定，至近终点时加淀粉指示液 2.5ml，继续滴定至蓝色消失。每 1ml硫代硫酸钠滴定液（0.1mol/L）相当于 7.985mg的 Fe_2O_3 。

【类别】药用辅料，着色剂和包衣材料等。

【贮藏】密封保存。

注：①本品在水中不溶。②本品可被磁石吸引。③为满足制剂稳定性和安全性要求，必要时，可对钴、钒进行控制。

起草单位：天津市药品检验研究院

联系电话：022-23513760

复核单位：泰州市药品检验院、北京市药品检验所

参与单位：上海一品颜料有限公司

黑氧化铁药用辅料标准草案起草说明

1、**英文名称：**明确本品为四氧化三铁，参考 USP/NF（2018.1.1 发布）进行修订。

2、**溶解度：**考虑本品溶于沸盐酸的现象为化学反应，同时以沸盐酸作为溶剂的溶解度不易考察，故删除本品在沸盐酸中易溶的相关描述。

3、钡盐：根据 ICH Q3D 指导原则，对本品的元素杂质进行评估后，删除现行标准中的钡盐检查项。

4、铅：参考 USP/NF（2018.1.1 发布），对本品铅的测定方法进行修订，包括改变样品前处理方法、更改测定波长、加入基体改进剂及明确测定方式。

5、镍：根据 ICH Q3D 指导原则，对本品的元素杂质进行评估后增加镍检查项。采用原子吸收分光光度法进行测定，以石墨炉为原子化器，参考 USP/NF（2018.1.1 发布）设定限度。

6、注：1、按照《国家药用辅料标准编写细则》（2023 年暂行版）要求，将性状项下的溶解度调整到注。2、根据本品具有磁性的特性，增加本品可被磁石吸引的描述。3、根据依照 ICH Q3D 指导原则对本品进行元素杂质考察的结果，增加对有一定残留风险元素（如钴和钒）的风险提示内容。