

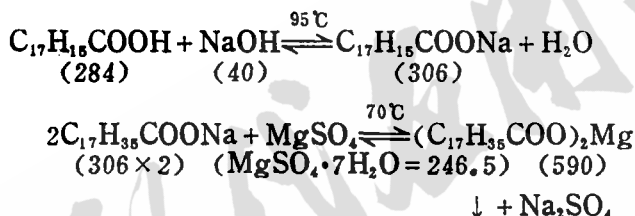
• 工业药学 •

药用硬脂酸镁制备工艺及其改进

成都化学制药厂(四川省成都市, 610072) 秦玉楠

药用硬脂酸镁系以硬脂酸镁与棕榈酸镁为主要成分的混合物, 主要用作药片的润滑剂, 其优点是润滑作用强, 质轻, 附着性好。

由于硬脂酸是一种有机弱酸, 它不能与



一、原料对成品质量的影响

1. 硬脂酸(又名十八烷酸)

不同级别的硬脂酸以其“碘值”差异的幅度为最显著。生产药用硬脂酸镁所用的硬脂酸, 须对其碘值进行控制。总的原则是原料硬脂酸的碘值不得超过4。

2. 氢氧化钠

用经过砂滤器净化的水将称量好的液碱配制成7~8°Be'的溶液, 静置24小时后, 仔细虹吸上层澄清液并用双层涤纶布精细过滤之, 滤液待用。

3. 硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)

用经过砂滤的水把称量好的 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 充分溶解并稀释至5%左右的浓度。在充分搅拌下, 加入少量过硫酸铵溶液以氧化 Fe^{2+} 、 Mn^{2+} 等为高价离子; 再用少量稀碱溶液仔细地将料液调至pH7.5~7.7(用精密试纸测定), 静置24小时后, 虹吸出上层清液用双层棉布精细过滤之。滤液待用。

硫酸镁直接反应生成硬脂酸镁, 而必须先由其与氢氧化钠溶液进行皂化反应生成硬脂酸钠, 再和硫酸镁的稀溶液通过复分解作用而制得硬脂酸镁。上述主要反应式为:

硫酸镁的含量(指 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)不得低于98%。

二、配料比与成品中MgO含量的关系

本产品的另一个工艺特点是配料量直接影响到成品MgO含量的高低。其中, 皂化反应的用碱量及复分解反应的硫酸镁用量是两个关键的因素。

实际配料时, 碱量应比理论量多5%左右。试验表明, 在此碱量下, 皂化反应可在pH10.5~11.0间进行, 皂化时间可缩短至2小时左右, 且皂化终点时, pH=9左右, 这样成品中的MgO含量不致于超过上限(7.5%)。若碱量过多, 皂化终点势必会pH>9.5, 这时剩余的碱量就会在复分解反应中与 Mg^{2+} 结合成 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ↓而混夹入粗品中, 由于洗涤工序中, 这部分 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ↓不能除去, 故最终导致成品的MgO含量超过上限值。反之, 若碱量少了, 则硬脂酸分子不能皂化完全, 这样成品将夹杂有未皂化的

硬脂酸微粒，致使半成品发粘，有臭味，且干燥所得成品质地硬、比容小、不润滑、游离脂肪酸超标、MgO含量偏低，造成废品。以250克二级品硬脂酸投料，复分解反应所用的 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 为165克时，碱用量与成品MgO含量间的对应数据见表1。

表 1

固 碱 用 量 (95%NaOH,克)	成品中MgO时含量 (%)
37	6.48 (含量不合格)
39	6.59
42	6.81
44	7.005
47	7.29
50	7.51 (含量超过上限)

对于 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 在复分解反应中的实际用量通常要比理论量多10~20%。以250克二级品硬脂酸投料，皂化反应的固碱量为47克时的硫酸镁用量与成品MgO含量间的对应数据见表2。

表 2

$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 的用量 (克)	成品中MgO的含量 (%)
120	6.46
135	6.62
150	6.94
165	7.12
180	7.35
195	7.41

从以上讨论可看出，碱量的变动比 MgSO_4 用量更能直接影响成品中MgO含量的高低。

三、操作方法和注意事项

1.1 将0.4 kg含量为42%的液体烧碱溶液(折合固碱168克左右)用经砂滤的水稀释至7~8°Be'，总体积为3.2升左右，静置。次日虹吸上层澄清液经双层涤纶布精细过滤

之，滤液待用。

1.2 将0.62 kg含量为98%的 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 溶解于12升经砂滤的水中。在搅拌下缓慢地加入由5克过硫酸铵所配成的少量溶液，搅拌15分钟；再用少量稀碱液调节pH≈7.5~7.7，静置。次日虹吸上层澄清液用双层白布精细过滤之，滤液待用。

2. 皂化工序

在搪瓷皂化锅内，先将约20升无盐水予热至70℃，再加入二级品硬脂酸1 kg，待硬脂酸完全溶化呈透明的油层浮于液面时(此时液温为90~95℃)，在充分搅拌下，缓缓地以细流状注入已准备好的3.2升稀碱液。加碱液的时间为30分钟左右，料液维持微沸状态。皂化时间约为2小时。取样观察皂液应均匀澄清，且液面应无细小油状物时即可判断为皂化终点(此时用广泛pH试纸热测皂液的pH值≈9)。

3. 复分解反应工序

3.1 预热已处理好的12升浓度为5%的 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 溶液至70℃，待用之；

3.2 将经砂滤净化后的25升水予热至70℃，趁热加入皂化好的硬脂酸钠溶液，搅拌均匀；

3.3 维持(2)项料液70℃，把予热的硫酸镁稀溶液借重力作用从塑料莲蓬型喷头以细雾状喷入充分搅拌着的(2)项料液中，维持搅拌和温度，喷入硫酸镁溶液的时间为30分钟，并继续搅拌30分钟以上，以保证复分解反应完全。静置之。

3.4 待所生成的硬脂酸镁上浮于液面后，沥干下层废液(内含 Na_2SO_4 、NaCl、过量 MgSO_4 等成分)，其pH≈8，且应呈 Mg^{2+} 微过量状况(即取沥液25毫升，加入10%NaOH溶液后应呈浑浊)。

4. 粗品洗涤工序

4.1 把硬脂酸镁粗品移送入内衬滤布的
(下转第30页)

(上接第19页)

假底木桶中,先用经过砂滤净化并予热至70℃的常水进行充分的洗涤,直到洗涤液中的 $[\text{SO}_4^{2-}]$ 与常水中的平衡为止。大约要洗涤10次左右。

4.2 将(1)所得粗品,待最后一轮洗涤水尽量地沥干后,开始通入无盐水继续进行洗涤操作。直到洗涤液中 Cl^- 消失为止。

4.3 将已洗涤合格的湿品,移放入离心机尽量甩干水分。复查最后滴流出的洗涤液

中的 SO_4^{2-} 、 Cl^- 是否消失,必要时再用少量无盐水在离心机内洗涤湿品(注意充分搅动之)得硬脂酸镁湿品。

5. 干燥工序

将洗涤好的湿品由离心机内取出,设法分割成约 1 cm^3 的小块,置放于铝制烘盘中,送入由远红外线辐射板组成的电热干燥器中,控制气温60℃下进行干燥。取样检查含水量降至5%以下时,即为干燥终点。

Study on Productive Technology of Medicinal Magnesium Stearate

Qin Yunang

(Chengdu Chemical Pharmaceutical Factory, Chendu, 610072)

Abstract

The thesis discusses Corresponding relationship between the raw material, the burden and the product quality in the manufacturing process of medicinal Magnesium stearate. It also deals with the improvement of manufacturing technology, Points for attention, the better yielding results and the lower production cost after improvement.

Key words Magnesium stearate, Magnesium sulfat.