

附件：预胶化淀粉药用辅料标准草案公示稿

预胶化淀粉拟修订内容对比表

《中国药典》2020 年版 四部预胶化淀粉	拟修订	修订说明
重金属	删去“重金属”	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重金属检查项。

起草单位：广东省药品检验所

附件：玉米淀粉药用辅料标准草案公示稿

玉米淀粉拟修订内容对比表

《中国药典》2020 年版 第一增补本玉米淀粉	拟修订	修订说明
重金属	删去“重金属”	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重金属检查项。

起草单位：广东省药品检验所

附件：豌豆淀粉药用辅料标准草案公示稿

豌豆淀粉拟修订内容对比表

《中国药典》2020 年版 四部豌豆淀粉	拟修订	修订说明
重金属	删去“重金属”	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重金属检查项。

起草单位：广东省药品检验所

附件：木薯淀粉药用辅料标准草案公示稿

木薯淀粉拟修订内容对比表

《中国药典》2020 年版 四部木薯淀粉	拟修订	修订说明
重金属	删去“重金属”	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重金属检查项。

起草单位：广东省药品检验所

附件：麦芽糊精药用辅料标准草案公示稿

麦芽糊精拟修订内容对比表

《中国药典》2020 年版 四部麦芽糊精	拟修订	修订说明
重金属	删去“重金属”	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重金属和砷盐检查项。
砷盐	删去“砷盐”	

起草单位：广东省药品检验所

附件：马铃薯淀粉药用辅料标准草案公示稿

马铃薯淀粉拟修订内容对比表

《中国药典》2020 年版 四部马铃薯淀粉	拟修订	修订说明
重金属	删去“重金属”	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重金属检查项。

起草单位：广东省药品检验所

附件：小麦淀粉药用辅料标准草案公示稿

小麦淀粉

Xiaomai Dianfen

Wheat Starch

本品系自禾本科植物小麦 *Triticum aestivum* L. 的颖果中制得。

【性状】 本品为白色或类白色粉末。

本品在水或乙醇中不溶。

【鉴别】（1）取本品，用甘油醋酸试液装片（通则 2001），在显微镜下观察。小麦淀粉多为单粒，呈显出大或者小颗粒，中等大小的颗粒很少。从正面看，大颗粒的直径一般为 10~60 μm ，一般为圆形的，也有很少是椭圆形的，中心脐点或者条纹不可见，或者几乎不可见，小麦淀粉颗粒的边缘有时会出现裂纹；从侧面看，颗粒成椭圆形或者梭形，并且脐点在中心轴线上；小颗粒成圆形或者多边形，直径约 2~10 μm 。在偏光显微镜下观察，呈现偏光十字，十字交叉位于颗粒脐点处。

（2）取本品约 1g，加水 15ml，煮沸后继续加热 1 分钟，放冷，即成类白色半透明的凝胶状物。

（3）取鉴别（2）项下凝胶状物约 1g，加碘试液 1 滴，即显蓝色或蓝黑色，加热后逐渐褪色。

【检查】 酸度 取本品 5.0g，加水 25ml，缓缓搅拌 1 分钟，使混匀，静置 15 分钟，依法测定（通则 0631），pH 值应为 4.5~7.0。

外来物质 取本品适量，用甘油醋酸试液装片（通则 2001），在显微镜下观察，不得有非淀粉颗粒，也不得有其他品种的淀粉颗粒。

二氧化硫 取本品适量，依法检查（通则 2331 第一法），含二氧化硫不得过 0.005%。

氧化物质 取本品 4.0g，置具塞锥形瓶中，加水 50.0ml，密塞，振摇 5 分钟，转入具塞离心管中，离心至澄清，取上清液 30.0ml，置碘量瓶中，加冰醋酸 1ml 与碘化钾 1.0g，密塞，摇匀，置暗处放置 30 分钟，加淀粉指示液 1ml，用硫代硫酸钠滴定液（0.002mol/L）滴定至蓝色消失，并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 硫代硫酸钠滴定液（0.002mol/L）相当于 34 μg 的氧化物质（以过氧化氢 H_2O_2 计），消耗的硫代硫酸钠滴定液（0.002mol/L）不得过 1.4ml（0.002%）。

总蛋白 取本品约 6g（含氮约 2mg），精密称定，置凯氏烧瓶或消化管中，依法检查（通则 0704 第二法或第三法，为使消解完全进行，操作中可适量增加硫酸用量，增加 40% 氢氧化钠溶液至 50ml），得总氮量；另取本品约 6g，精密称定，加水 10ml 混匀后，加 10% 三氯醋酸溶液 10ml，混匀，静置 30 分钟，滤过（如有必要，可离心后滤过），取滤液，自“置凯氏烧瓶或消化管中”起同法操作，得非蛋白氮量，以总氮量减去非蛋白氮量即为供试品的总蛋白氮量，得供试品的含氮量，再计算总蛋白，总蛋白不得过 0.3%（相当于 0.048% 的氮，折算系数为 6.25）。

干燥失重 取本品，在 130℃干燥 90 分钟，减失重量不得过 15.0%（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 0.6%。

铁盐 取本品 1.50g，加 2mol/L 盐酸溶液 15.0ml，振摇 5 分钟，滤过，取滤液 10.0ml 置 50ml 纳氏比色管中，加过硫酸铵 50mg，用水稀释成 35ml 后，依法检查（通则 0807），与标准铁溶液 1.0ml 制成的对照液比较，不得更深（0.001%）。

~~**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二。~~

微生物限度 取本品，依法检查（通则 1105 与通则 1106），1g 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，填充剂和崩解剂等。

【贮藏】 密封保存。

注：本品在水或乙醇中不溶。

起草单位：广东省药品检验所

联系电话：020-81853846

小麦淀粉药用辅料标准草案修订说明

删除“总蛋白”项下非蛋白氮含量

原标准该项目是参考通则 0731 蛋白质含量测定法，用总氮量扣除非蛋白氮含量，得到蛋白氮。

由于非蛋白氮的测定需要用到三氯醋酸试剂，三氯醋酸为 2B 类致癌物质。考虑到本品非蛋白氮在总氮中的占比低，删除非蛋白氮对于该项目测定结果的影响可忽略，故删除。

删除重金属

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重金属检查项。

附件：果胶药用辅料标准草案公示稿

果 胶

Guojiao

Pectin

{9000-69-5}

本品系从柑橘皮、苹果渣或向日葵盘中提取得到的碳水化合物。按干燥品计算，含甲氧基（ OCH_3 ）不得少于 6.7%，含半乳糖醛酸（ $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_7$ ）不得少于 74.0%。

【性状】本品为白色至浅棕色的颗粒或粉末。

【鉴别】（1）取本品 1% 水溶液适量，加等量的乙醇，即形成一种半透明的凝胶状沉淀；另取本品 1% 水溶液 5ml，加 2mol/L 氢氧化钠溶液 1ml，室温放置 15 分钟，即形成凝胶或半凝胶状物。

（2）取本品 0.1g，加 0.05mol/L 硫酸溶液 2ml，煮沸后，用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 2ml 中和，再加碱性酒石酸铜试液，加热即生成氧化亚铜的红色沉淀。

（3）取本品约 0.1g，置离心管顶空瓶中，加入三氟醋酸溶液（6.7→100）2ml，强力振荡使成凝胶状，密塞，置 120℃ 烘箱中放置 1 小时，取出，离心，取上清液转移至 50ml 圆底烧瓶中，加水 10ml，60℃ 旋转减压蒸干。残渣加 90% 甲醇溶液 2ml 使溶解，置通风橱中开盖，放冷，加无水甲醇 2ml，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液。

取果糖、半乳糖、半乳糖醛酸各 10mg，加 90% 甲醇溶液 5ml 使溶解，摇匀，作为对照品溶液。

照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取供试品溶液和对照品溶液各 1μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板（推荐 MERCK 板）上，以乙酸乙酯-冰醋酸-水（2: 1: 1）为展开剂，二次展开，第一次展开距离为 15cm，取出，晾干或吹干，第二次展开距离为 15cm（无需更换展开剂），取出，晾干，喷以茴香醛溶液（取茴香醛 0.5ml、冰醋酸 10ml、甲醇 85ml 与硫酸 5ml 混合），110℃ 加热至斑点显示清晰。供试品溶液在与对照品溶液相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】~~不饱和物~~ 取本品适量（约相当于干燥品 0.05g），置烧杯中，加异丙醇 0.25ml 润湿。加水 50ml，用磁力搅拌器混匀，并用 0.5mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 12.0，停止搅拌，在室温静置 15 分钟，用 0.1mol/L 盐酸溶液调节 pH 值至 7.0，转移至 100ml 量瓶中，并用水稀释至刻度，作为供试品贮备液。精密量取三羟甲基氨基甲烷缓冲液（取三羟甲基氨基甲烷 6.055g 和氯化钙 0.475g，置 1000ml 量瓶中，加水 950ml 溶解，用 1mol/L 盐酸溶液调 pH 值至 7.0，并用水稀释至刻度）0.5ml、供试品贮备液 1.0ml 与水 1.0ml，混匀，作为供试品空白溶液；精密量取三羟甲基氨基甲烷缓冲液 0.5ml、水 1.5ml 与果胶裂解酶溶液（取果胶裂解酶约 1g，置 100ml 量瓶中，用三羟甲基氨基甲烷缓冲液溶解并稀释至刻度）0.5ml，混匀，作为酶空白溶液；精密量取三羟甲基氨基甲烷缓冲液 0.5ml、供试品贮备液 1.0ml、水 0.5ml 与果胶裂解酶溶液 0.5ml，混匀，作为供试品溶液。照紫外-可见分光光度法（通则 0401），在 235nm 的波长处立即测定吸光度，并测定室温放置 10 分钟时的吸光度，按下式计算不饱和和产物的量。不饱和和产物应不小于 $0.5 \times 10^{-5} \text{mol}$ 。

$$\text{不饱和和产物的量}(\text{mol}) = \frac{(A_{10\text{-TS}} - A_{10\text{-EB}} - A_{10\text{-TB}}) - (A_{0\text{-TS}} - A_{0\text{-EB}} - A_{0\text{-TB}})}{4600}$$

式中 $A_{0\text{-TB}}$ 为样品空白溶液立即测定的吸光度，

~~A_{0-EB} 为酶空白溶液立即测定的吸光度；—
 A_{0-TS} 为供试品溶液立即测定的吸光度；—
 A_{10-TB} 为样品空白溶液在 10 分钟时的吸光度；—
 A_{10-EB} 为酶空白溶液在 10 分钟时的吸光度；—
 A_{10-TS} 为供试品溶液在 10 分钟时的吸光度。—~~

糖类与有机酸 取本品 1.0g, 置 500ml 烧瓶中, 加乙醇 3~5ml 润湿, 立即加水 100.0ml, 振摇至完全溶解, 加盐酸乙醇溶液 100.0ml (取盐酸 0.3ml, 加乙醇 100ml, 即得) 混匀, 立即滤过, 精密量取续滤液 25ml 置已干燥至恒重的蒸发皿中, 水浴蒸干, 取残渣在 50℃ 减压干燥 2 小时, 遗留的残渣不得过 20mg。

二氧化硫 取本品约 10.0g, 置 1000ml 圆底烧瓶中, 边振摇边加水 250ml, 使样品分散, 加盐酸溶液 (1→2) 10ml, 立即加热蒸馏, 以 2% 醋酸铅溶液 25ml 作为吸收液, 当馏出液约 200ml 时, 使冷凝管下端离开收集液面, 再蒸馏 1 分钟, 用少量水淋洗插入醋酸铅溶液的装置部分, 馏出液中加入盐酸 10ml 与淀粉指示液 1ml, 摇匀, 用碘滴定液 (0.01mol/L) 滴定至溶液变蓝, 且 30 秒内不褪色, 并将滴定的结果用空白试液校正。每 1ml 碘滴定液 (0.01mol/L) 相当于二氧化硫 0.6406mg。取本品约 20.0g, 置烧杯中, 加水 200ml, 搅拌至完全溶胀, 转移至 1000ml 两颈圆底烧瓶中, 并用 150ml 水洗涤烧杯, 合并洗涤液至两颈圆底烧瓶, 摇匀。通过分液漏斗 C 加入 6mol/L 盐酸溶液 20ml, 依法检查 (通则 2331 第一法), 含二氧化硫不得过 0.005%。

干燥失重 取本品, 在 105℃ 下干燥 3 小时, 减失重量不得过 10.0% (通则 0831)。

重金属 取本品 2.0g, 依法检查 (通则 0821 第二法), 含重金属不得过百万分之十。

铅 取本品 0.5g, 精密称定, 置聚四氟乙烯消解罐中, 加硝酸 6ml, 盖好内盖, 旋紧外套, 置适宜的微波消解炉内进行消解。消解完全后, 在 120℃ 下蒸发酸至近干, 用硝酸溶液 (2→100) 洗涤消解罐, 并转移溶液至 50ml 量瓶中, 用硝酸溶液 (2→100) 稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

同法制备试剂空白溶液。

另取铅元素标准溶液适量, 用硝酸溶液 (2→100) 定量稀释制成每 1ml 中含铅 0~80ng 的系列对照品溶液。

分别精密量取供试品溶液和对照品溶液各 1ml, 精密加含 1% 磷酸二氢铵和 0.2% 硝酸镁的溶液 0.5ml, 混匀, 采用石墨炉原子化器 (1% 磷酸二氢铵和 0.2% 硝酸镁的溶液可通过仪器在线加入), 照原子吸收分光光度法 (通则 0406 第一法), 在 283.3nm 波长处分别测定, 计算, 即得。含铅不得过 0.0005%。

砷盐 取本品 0.67g, 加盐酸 5ml 与水 23ml, 置于 100ml 锥形瓶中, 加入硫酸 5ml, 加热至样品炭化, 滴加浓过氧化氢溶液, 至反应停止后继续加热, 并滴加浓过氧化氢溶液至溶液无色, 冷却后加水 10ml, 加热蒸发至产生浓烟, 依法检查 (通则 0822 第一法), 应符合规定 (0.0003%)。

残留溶剂 甲醇、乙醇与异丙醇 取本品约 1.0g, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 加蔗糖 5g, 精密加入内标溶液 (每 1ml 中含仲丁醇 5mg 的溶液) 1ml, 加水适量使溶胀, 加水稀释至刻度, 用磁力搅拌器使溶液混合均匀, 并继续搅拌使果胶完全溶解, 精密称取 2.0g 溶液, 置于顶空瓶中, 密封, 作为供试品溶液; 精密称取甲醇、乙醇与异丙醇适量, 用水稀释制成每 1ml 中约含甲醇 3mg、乙醇 5mg 和异丙醇 5mg 的溶液, 作为对照品贮备液; 精密量取对照品贮备液与内标溶液各 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 精密称取 2.0g 溶液, 置于顶空瓶中, 密封, 作为对照品溶液。照残留溶剂测定法 (通则 0861 第一法) 测

定，以 6%氰丙基苯基-94%二甲基硅氧烷（或极性相似）为固定液的毛细管柱为色谱柱；柱温为 70℃，进样口温度为 200℃，检测器温度为 280℃，顶空瓶平衡温度为 70℃，平衡时间为 10 分钟，取对照品溶液顶空进样，各峰间的分离度应符合要求。取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样，记录色谱图，按内标法以峰面积计算，含甲醇不得过 0.3%，乙醇与异丙醇均不得过 0.5%，甲醇、乙醇与异丙醇总量不得过 1.0%。

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】 甲氧基 取本品约 5.0g，精密称定，置烧杯中，加 60%乙醇-盐酸（20:1）150ml，搅拌 10 分钟，用经 105℃干燥至恒重的 3 号垂熔玻璃坩埚滤过，用上述溶液洗涤 6 次，每次 15ml，继续用 60%乙醇洗至滤液不显氯化物反应，再用乙醇 20ml 洗涤，残渣在 105℃干燥 1 小时，放冷，称重。精密称取干燥残渣的 1/10 重量，置 250ml 锥形瓶中，加乙醇 2ml 润湿，加新沸放冷的水 100ml，振摇至全部溶解，加酚酞指示液 5 滴，用氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）滴定，消耗滴定液体积为 V_1 ；再加氢氧化钠滴定液（0.5mol/L）20ml，剧烈振摇，放置 15 分钟，加盐酸滴定液（0.5mol/L）20ml，振摇至粉红色消失，加酚酞指示液，用氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）滴定至溶液微显粉红色，记录体积为 V_2 。另取新沸放冷的水 100ml，乙醇 2ml，置 250ml 锥形瓶，加酚酞指示液 5 滴，用氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）滴定，消耗滴定液体积为 V_{01} ；再加氢氧化钠滴定液（0.5mol/L）20ml，剧烈振摇，放置 15 分钟，加盐酸滴定液（0.5mol/L）20ml，振摇至粉红色消失，加酚酞指示液，用氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）滴定至溶液微显粉红色，记录体积为 V_{02} 。将滴定结果用空白 V_{01} 、 V_{02} 校正。每 1ml 的氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）（即第二次消耗滴定液的体积 V_2 ）相当于 3.104mg 的 $-OCH_3$ 。

计算公式：

$$m = W \times \frac{W_1}{W_2} \times (1 - a)$$

$$X_1 = \frac{T_1 \times (V_2 - V_{02})}{m \times 1000} \times 100\%$$

半乳糖醛酸 每 1ml 的氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）（即总消耗滴定液的体积， $V_{总}=V_1+V_2-V_{01}-V_{02}$ ）相当于 19.41mg 的 $C_6H_{10}O_7$ 。

半乳糖醛酸的量按下式计算：

$$X_2 = \frac{T_2 \times (V_1 + V_2 - V_{01} - V_{02})}{m \times 1000} \times 100\%$$

酯化度 本品的酯化度按下式计算：

$$\text{酯化度} = \frac{V_2 - V_{02}}{(V_1 + V_2 - V_{01} - V_{02})} \times 100\%$$

式中 X_1 为供试品甲氧基的含量，%；

X_2 为供试品半乳糖醛酸的含量，%；

T_1 为每 1ml 氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）相当于 3.104mg 的 $-OCH_3$ ；

T_2 为每 1ml 氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）相当于 19.41mg 的 $C_6H_{10}O_7$ ；

V_1 为供试品初始滴定体积，ml；

V_2 为供试品皂化滴定体积，ml；

V_{01} 为空白初始滴定体积，ml；

V_{02} 为空白皂化滴定体积，ml；

W_1 为样品处理前称样量，g；

W_2 为样品经处理后称样量，g；

W 为样品经处理后 1/10 的称样量，g；

a 为样品干燥失重减失百分含量，%。

【类别】药用辅料，增稠剂、释放阻滞调节剂和胶凝剂等。

【贮藏】密封保存。

【标示】①应标明来源、甲氧基含量和酯化度的限度要求标示范围；②应标明工艺中使用或产生的溶剂名称及限度。（甲醇、乙醇与异丙醇可按下述测定方法测定）

甲醇、乙醇与异丙醇 取本品约 1.0g，精密称定，置 100ml 量瓶中，加蔗糖 5g，精密加入内标溶液（每 1ml 中含仲丁醇 5mg 的溶液）1ml，加水适量使溶胀，加水稀释至刻度，用磁力搅拌器使溶液混合均匀，并继续搅拌使果胶完全溶解，精密称取 2.0g 溶液，置于顶空瓶中，密封，作为供试品溶液。

精密称取甲醇、乙醇与异丙醇适量，用水稀释制成每 1ml 中约含甲醇 3mg、乙醇 5mg 和异丙醇 5mg 的溶液，作为对照品贮备液。

精密量取对照品贮备液与内标溶液各 1ml，置 100ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，精密称取 2.0g 溶液，置于顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。

照残留溶剂测定法（通则 0861 第一法）测定，以 6%氰丙基苯基-94%二甲基硅氧烷（或极性相似）为固定液的毛细管柱为色谱柱；柱温为 70℃，进样口温度为 200℃，检测器温度为 280℃；顶空瓶平衡温度为 70℃，平衡时间为 10 分钟，取对照品溶液顶空进样，各峰间的分离度应符合要求。取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样，记录色谱图，按内标法以峰面积计算，即得。

起草单位：广东省药品检验所

联系电话：020-81853846

复核单位：山西省检验检测中心（山西省标准计量技术研究院）

果胶胶药用辅料标准草案起草说明

1、CAS 号

因果胶有不同来源，取代基含量不一，删除 CAS 号。

2、来源与制法及含量限度

根据市场情况，来源增加向日葵盘。由于低甲氧基果胶与高甲氧基果胶的甲氧基含量存在差异，且甲氧基含量与酯化度相关，因此，删除甲氧基含量的限度，但要求企业在标示项下标示相关内容。

3、薄层鉴别

优化了样品的前处理方法，并根据单糖成分考察结果，删除果糖与半乳糖的相关要求。

4、检查

4.1 不饱和物

由于该项目主要用于果胶的鉴别，目前鉴别项中已设置了薄层鉴别，暂时删除该项目。

4.2 二氧化硫

由于 2020 年版中国药典四部果胶标准的二氧化硫检查项以醋酸铅溶液作为吸收液，为了达到绿色环保的目标，参考 2020 年版中国药典四部通则 2331 二氧化硫残留量测定法第一法优化该方法。

4.3 重金属

根据 ICH Q3D 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。

4.4 铅

根据 ICH Q3D 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，铅元素的残留风险较高，建立原子吸收分光光度计测定方法控制铅元素。

4.5 砷盐

优化砷盐样品前处理方法。

4.6 残留溶剂

根据《中国药典》药用辅料标准与 ICH Q3C 协调方案（公示稿）的相关要求，如产品中残留量较高或风险较高，可在标示项中要求标示相应残留溶剂，因此，标准正文中删除残留溶剂检查，要求在标示项中标示相关内容。

5、类别

参照 0251 药用辅料通则修订草案，将“释放阻滞剂”规范为“释放调节剂”。

6、标示

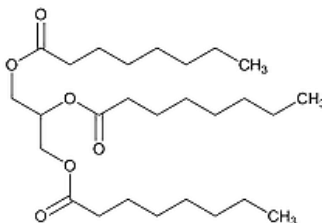
增加来源、甲氧基含量以及残留溶剂的标示要求，并提供了残留溶剂的测定方法供参考。

附件：三辛酸甘油酯标准草案公示稿

三辛酸甘油酯

Sanxinsuan Ganyouzhi

Glyceryl Tricaprylate

 $C_{27}H_{50}O_6$ 470.68

[538-23-8]

本品为以三辛酸甘油酯为主的饱和脂肪酸三甘油酯。含 $C_{27}H_{50}O_6$ 不得少于 90.0%。

【性状】 本品为无色至淡黄色的澄清液体。

酸值 本品的酸值（通则 0713）应不大于 0.2。

羟值 本品的羟值（通则 0713）应不大于 10.0。

过氧化值 本品的过氧化值（通则 0713）应不大于 1。

皂化值 本品的皂化值（通则 0713）应为 340~370。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 游离甘油 取含量测定项下的供试品溶液作为供试品溶液。

另取甘油对照品适量，精密称定，加四氢呋喃溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液，作为对照品溶液。

照分子排阻色谱法（通则 0514）试验，用苯乙烯-二乙烯基苯共聚物为填充剂（7.8mm×300mm，5.0μm 的两根色谱柱串联或效能相当的色谱柱）；以四氢呋喃为流动相；示差折光检测器。

精密量取供试品溶液与对照品溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，含游离甘油不得过 0.5%。

碱性杂质 取本品 2.0g，加乙醇 15ml，乙醚 30ml 温热使溶解，加溴酚蓝指示液 0.05ml，用盐酸滴定液（0.01mol/L）滴定至上层液显黄色，消耗盐酸滴定液（0.01mol/L）的体积不得过 0.4ml。

水分 取本品，照水分测定法（通则 0832 第一法 2）测定，含水分不得过 0.2%。

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%。

脂肪酸组成 取本品约 0.1g，置 50ml 回流瓶中，加 0.5mol/L 氢氧化钠甲醇溶液 2ml，在水浴中加热回流 30 分钟，放冷，加 14%三氟化硼甲醇溶液 2ml，在水浴中继续加热回流 30 分钟，放冷，加正庚烷 4ml，继续加热回流 5 分钟后，放冷，加饱和氯化钠溶液 10ml，摇匀，静置使分层，取上层液，用水洗涤 3 次，每次 2ml，上层液经无水硫酸钠干燥，作为供试品溶液。

分别取己酸甲酯、辛酸甲酯、癸酸甲酯与月桂酸甲酯对照品适量，加正庚烷溶解并稀释制成每 1ml 中约含己酸甲酯 0.1mg、辛酸甲酯 9.0mg、癸酸甲酯 0.5mg、月桂酸甲酯 0.1mg 的溶液，作为对照品溶液。

照气相色谱法（通则 0521）试验，以键合聚乙二醇（或极性相近）为固定液的毛细管柱为色谱柱，起始温度为 50℃，以每分钟 20℃的速率升温至 180℃，再以每分钟 9℃的速率升温至 240℃，维持 12 分钟；进样口温度为 250℃，检测器温度为 250℃。取对照品溶液 2μl 注入气相色谱仪，记录色谱图，辛酸甲酯峰与癸酸甲酯峰的分离度应不小于 4.0。取供试品溶液 2μl 注入气相色谱仪，记录色谱图，按面积归一化法计算，含辛酸不得少于 90.0%，己酸不得过 1.0%，癸酸不得过 5.0%，月桂酸不得过 1.0%。

细菌内毒素（供注射用） 取本品，依法检查（通则 1143），每 1ml 三辛酸甘油酯中含内毒素的量应小于标示量。

【含量测定】 照气相色谱法（通则0521）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用5%苯基-95%甲基聚硅氧烷（或极性相近）为固定液的毛细管柱为色谱柱（15m×0.32mm，0.1μm或效能相当的色谱柱），起始温度为60℃，维持3分钟，以每分钟8℃的速率升温至340℃，维持12分钟；进样口温度为350℃，检测器温度为370℃。取单辛酸甘油酯与单癸酸甘油酯对照品各适量，加四氢呋喃溶解并稀释制成每1ml中各约含20mg的混合溶液，作为系统适用性溶液，精密量取1μl注入气相色谱仪，记录色谱图，单辛酸甘油酯峰与单癸酸甘油酯峰的分离度应不小于5.0。

测定法 取本品适量，精密称定，加四氢呋喃溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50mg 的溶液，作为供试品溶液，精密量取 1μl 注入气相色谱仪，记录色谱图；另取三辛酸甘油酯对照品，同法测定，按下式计算三辛酸甘油酯的含量，供试品溶液色谱图中小于单辛酸甘油酯峰保留时间的溶剂峰和游离脂肪酸峰忽略不计。

$$\text{游离脂肪酸 (D)} = \frac{\text{酸值} \times 144.21}{561.1}$$

$$\text{三辛酸甘油酯}(\%) = \frac{r_U}{r_T} \times (100 - A - B - D)$$

式中 A 为游离甘油项下测定结果，%；

B 为水分项下测定结果，%；

D 为游离脂肪酸计算结果，%；

r_U 为三辛酸甘油酯的峰面积；

r_T 为除溶剂峰和游离脂肪酸峰外所有色谱峰的峰面积。

【类别】润滑剂、乳化剂、载体材料等。

【贮藏】遮光，密封，-20℃保存。

【标示】应标明本品每 ml 中含内毒素的量应小于的标示量。

注：本品在乙醇或二氯甲烷中极易溶解，在甲醇中易溶，在水中几乎不溶。

起草单位：上海市食品药品检验研究院、浙江工业大学

联系电话：021--50798175

复核单位：中国食品药品检验研究院

三辛酸甘油酯标准草案起草说明

一、结构式、CAS 号、分子式和分子量

均参考美国药典拟订。

二、性状

外观根据所收集样品的实际测定情况拟订，酸值、羟值、过氧化值、皂化值均采用 2020 年版中国药典通则 0713 脂肪与脂肪油测定法项下方法。

三、鉴别

以含量测定项下结果为依据拟订。

四、游离甘油

美国药典采用氧化还原反应显色滴定法测定游离甘油，专属性较差，拟订标准采用了建立的专属性较强的 HPLC-RID 法测定游离甘油。

五、碱性杂质、水分、炽灼残渣

均参考美国药典拟订。其中水分拟订为更适用于含微量水分的酯类物质测定的库伦法。

六、脂肪酸组成

样品前处理、限度和气相色谱条件均参考美国药典拟订；美国药典采用校正因子法，经比

对与面积归一化法结果基本一致，考虑对照品易得性及计算简便性，拟订草案采用面积归一化法。

七、细菌内毒素（供注射用）

根据药典委药用辅料细菌内毒素及热原检查法设定思路进行拟订。

八、含量测定

参考美国药典采用气相色谱-面积归一化法进行测定，其中定位用单辛酸甘油酯和三辛酸甘油酯标准研究时均采用 USP 对照品。

九、类别、贮藏、标示

类别参考美国药典拟订，贮藏参考所收集样品情况拟订，标示与草案中细菌内毒素项目相对应。

十、注

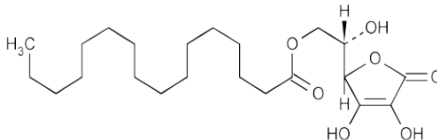
参考美国药典溶解度和所收集样品实际测定结果拟订。

附件：抗坏血酸棕榈酸酯药用辅料质量标准公示稿

抗坏血酸棕榈酸酯

Kanghuaixuesuan Zonglvsuanzhi

Ascorbyl Palmitate

 $C_{22}H_{38}O_7$ 414.53

[137-66-6]

本品系由棕榈酸与 L-抗坏血酸酯化而得。按干燥品计算，含 $C_{22}H_{38}O_7$ 应为 95.0%~100.5%。

【性状】本品为白色至黄白色粉末。

【比旋度】取本品，精密称定，加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 100mg 的溶液，依法测定（通则 0621），比旋度为 $+21^{\circ}$ 至 $+24^{\circ}$ 。

【鉴别】（1）取本品约 10mg，加甲醇 5ml 溶解，该溶液使 2,6-二氯靛酚钠试液褪色。

（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】溶液澄清度与颜色 取本品 2.5g，加甲醇 25ml 溶解后，依法检查（通则 0902），溶液应澄清。如显色，与黄色 4 号标准比色液（通则 0901 第一法）比较，不得更深。

干燥失重 取本品，在 60°C 下减压干燥 5h，减失重量不得过 1.0%（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%。

【含量测定】照高效液相色谱法（通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用辛烷基键合硅胶为填充剂；以乙腈-甲醇-0.01mol/L 高氯酸（10:65:25）为流动相，流速为每分钟 1.0ml；柱温为 25°C ；紫外检测器，检测波长为 245nm。取抗坏血酸棕榈酸酯对照品适量，加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液，作为系统适用性溶液，取 10 μl 注入液相色谱仪，记录色谱图，抗坏血酸棕榈酸酯色谱峰拖尾因子应在 0.8-2.0 之间，主峰面积的相对标准偏差不得过 1.0%。

测定法 取本品适量，精密称定，加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液，精密量取 10 μl 注入液相色谱仪，记录色谱图；另取抗坏血酸棕榈酸酯对照品适量，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】抗氧化剂。

【贮藏】密封保存，避光。

注：本品在甲醇、乙醇中易溶，在水、二氯甲烷中几乎不溶。

起草单位：中国药科大学 联系电话：025-83271305

复核单位：陕西省食品药品检验研究院

抗坏血酸棕榈酸酯质量标准草案起草说明

- 名称：参考 EP 及 USP-NF 英文名称拟定为：Ascorbyl Palmitate，参考《中国药用辅料通用名称命名原则》及 CDE 各辅料厂家登记备案品种名称拟定中文名称为抗坏血酸棕榈酸酯。
- 比旋度：采用旋光仪测定，参考 EP 及 USP-NF 规定本品比旋度为 $+21^{\circ}$ 至 $+24^{\circ}$ 。
- 鉴别：参考 EP 及 USP-NF 将颜色反应及红外光谱列入鉴别项。
- 干燥失重：参考 EP 标准规定限度为取本品，在 60°C 下减压干燥 5h，减失重量不得超过 1.0%。
- 含量测定：采用液相色谱法对本品含量进行测定，参考 USP-NF 规定限度为 95.0%~100.5%。
- 贮藏：由于本品极易氧化，参考 EP、USP-NF 拟定标准为密封保存，避光。

附件：可溶性淀粉药用辅料标准草案公示稿

可溶性淀粉拟修订内容对比表

《中国药典》2020 年 版四部可溶性淀粉	拟修订	修订说明
重金属	删去“重金属”	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重金属和砷盐检查项。铅的检查以“注”的形式在正文后提示。
砷盐	删去“砷盐”	
注	标准最后增加“注：为满足制剂稳定性和安全性要求，必要时，可对本品铅进行控制。”	

起草单位：广东省药品检验所