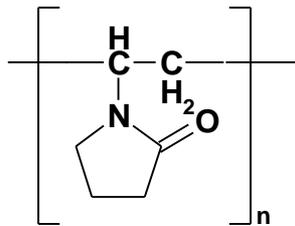


附件 聚维酮 K30 药用辅料标准草案公示稿（第二次）

聚维酮 K30
Juweitong K30
Povidone K30

 $(C_6H_9NO)_n$

[9003-39-8]

本品系吡咯烷酮和乙炔在加压下生成乙烯基吡咯烷酮单体，在催化剂作用下聚合得到的 1-乙烯基-2-吡咯烷酮均聚物，其平均分子量为 3.8×10^4 ，分子式为 $(C_6H_9NO)_n$ ，其中 n 代表 1-乙烯基-2-吡咯烷酮链节的平均数。按无水物计算，含氮（N）量应为 11.5%~12.8%。

【性状】 本品为白色至乳白色粉末，~~无臭或稍有特臭。~~

~~本品在水、甲醇或乙醇中易溶，在丙酮中极微溶解，在乙醚中不溶。~~

【鉴别】（1）取本品水溶液（1→50）2ml，加 1mol/L 盐酸溶液 2ml 与重铬酸钾试液数滴，即生成橙黄色沉淀。

~~（2）取本品水溶液（1→50）3ml，加硝酸钴约 15mg 与硫氰酸铵约 75mg，搅拌后，滴加稀盐酸使呈酸性，即生成浅蓝色沉淀。~~

~~（3）~~（2）取本品水溶液（1→50）3ml，加碘试液 1~2 滴，即生成棕红色沉淀，搅拌，溶解成棕红色溶液。

~~（4）~~（3）取本品适量，置 105℃ 干燥 6 小时，依法测定，本品的红外光吸收图谱应与对照图谱（附图）一致（通则 0402）。

【检查】酸度 取本品 1.0g，加水 20ml 溶解后，依法检查（通则 0631），pH 值应为 3.0~5.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 1.0g，加水 20ml 溶解后，溶液应澄清无色，如显浑浊，与 1 号浊度标准液（通则 0902）比较，不得更浓；如显色，与黄色 1 号或棕红色 2 号标准比色液（通则 0901 第一法）比较，不得更深。

K 值 取本品 1.00g（按无水物计算），精密称定，置 100ml 量瓶中，加水适量使溶解，并稀释至刻度，在 $25^\circ\text{C} \pm 0.2^\circ\text{C}$ 恒温水浴中放置 1 小时后，依法检查（通则 0633 第二法），测得相对黏度 η_r ，按下式计算 K 值，应为 27.0~32.0。

$$K = \frac{\sqrt{300W \lg\eta_r + (W + 1.5W \lg\eta_r)^2} + 1.5W \lg\eta_r - W}{0.15W + 0.003W^2}$$

式中 W 为供试品的重量（按无水物计算），g。

醛 取本品 1.0g，置 100ml 量瓶中，加磷酸盐缓冲液（取磷酸二氢钾 1.74g，加水 80ml 溶解后，用 1mol/L 氢氧化钾溶液调节 pH 值至 9.0，再加水稀释至 100ml，即得）溶解并稀释至刻度，摇匀，密塞，在 60°C 恒温水浴中放置 1 小时后，放冷，作为供试品溶液。

另取乙醛合氨三聚体 0.140g，置 200ml 量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取 1ml，置 100ml 量瓶中，加磷酸盐缓冲液稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。

精密量取供试品溶液 0.5ml，置比色皿中，依次加磷酸盐缓冲液 2.5ml，烟酰胺腺嘌呤二核苷酸溶液（取 β-烟酰胺腺嘌呤二核苷酸适量，置玻璃瓶中，加磷酸盐缓冲液溶解并稀释制成每 1ml 含 4mg 的溶液，4°C 存放，4 周内稳定）0.2ml，加盖，混匀，在 22°C±2°C 水浴中放置 2~3 分钟，以水为参比，照紫外-可见分光光度法（通则 0401），在 340nm 的波长处测定吸光度；再在同一比色皿中加醛脱氢酶溶液（取低压冻干粉醛脱氢酶适量，置玻璃瓶中，加水溶解并稀释制成每 1ml 含 7U 的溶液，4°C 存放，8 小时内稳定）0.05ml，加盖，混匀，在 22°C±2°C 水浴中放置 5 分钟，以水为参比，在 340nm 的波长处测定吸光度。

另取空白溶液（水）、对照品溶液同法操作。按下式计算醛含量，以乙醛计，不得过 0.05%。

$$\text{醛含量}\% = \frac{(A_{t2} - A_{t1}) - (A_{b2} - A_{b1})}{(A_{s2} - A_{s1}) - (A_{b2} - A_{b1})} \times \frac{10 \times C}{m}$$

式中 A_{t1} 为加醛脱氢酶前供试品溶液吸光度；

A_{t2} 为加醛脱氢酶后供试品溶液吸光度；

A_{s1} 为加醛脱氢酶前对照品溶液吸光度；

A_{s2} 为加醛脱氢酶后对照品溶液吸光度；

A_{b1} 为加醛脱氢酶前空白液吸光度；

A_{b2} 为加醛脱氢酶后空白液吸光度；

C 为对照品溶液浓度，mg/ml（乙醛合氨三聚体折算为乙醛的系数为 0.72）；

m 为取样量（按无水物计算），g。

N-乙基吡咯烷酮 取本品约 0.25g，精密称定，置 10ml 量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。

另取 N-乙基吡咯烷酮对照品适量，精密称定，加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 约含 5μg 的溶液，精密量取 5ml，置 100ml 量瓶中，加流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。

另取 N-乙烯基吡咯烷酮对照品和乙酸乙烯酯适量，加适量甲醇使溶解，用流动相稀释并制成每 1ml 中含 N-乙烯基吡咯烷酮 1 μ g 与乙酸乙烯酯 50 μ g 的溶液，作为系统适用性试验溶液。

照高效液相色谱法（通则 0512）测定，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以乙腈-水（10：90）为流动相，检测波长为 235nm。取系统适用性试验溶液 20 μ l，注入液相色谱仪，N-乙烯基吡咯烷酮峰与乙酸乙烯酯峰的分度应大于 6.0，供试品溶液中 N-乙烯基吡咯烷酮与相邻色谱峰分度应符合要求。

精密量取供试品溶液与对照品溶液各 20 μ l，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，不得过 0.001%。

2-吡咯烷酮 取本品适量，精密称定，加水溶解并稀释成每 1ml 含 5mg 的溶液，作为供试品溶液。

取 2-吡咯烷酮对照品适量，精密称定，加水溶解并稀释制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，作为对照品溶液。

照高效液相色谱法（通则 0512）测定，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以水-乙腈-甲醇为流动相（90：5：5），检测波长为 205nm。精密量取对照品溶液 20 μ l，注入液相色谱仪，进样 6 次，峰面积的相对标准偏差不得过 2.0%。

精密量取对照品溶液与供试品溶液各 20 μ l，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，不得过 2.0%。

甲酸 取本品 0.50g，精密称定，置 100ml 量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。

取甲酸对照品适量，精密称定，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 含 25 μ g 的溶液，作为对照品溶液。

照高效液相色谱法（通则 0512）测定，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以 0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液-乙腈（95：5）（用磷酸调节 pH 值至 3.0）为流动相，检测波长为 210nm。供试品溶液中甲酸与相邻峰分度应符合要求。

精密量取对照品溶液与供试品溶液各 20 μ l，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，不得过 0.5%。

过氧化物 取本品 4.0g（按无水物计算），置 100ml 量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。

精密量取 25ml，加三氯化钛-硫酸溶液 2.0ml，摇匀，放置 30 分钟，作为供试品溶液。

[三氯化钛-硫酸溶液的配制：量取 15% 三氯化钛溶液（取 15g 三氯化钛溶于稀盐酸 100ml 中）20ml，在冰浴下与硫酸 13ml 小心混合均匀，加适量浓过氧化氢溶液至出现黄色，加热至冒白烟，放冷，反复用水稀释并蒸发至溶液近无色，加水得无色溶液，并加水至 100ml，摇匀，即得。]

另精密量取贮备液 25ml, 加 13% 硫酸溶液 2.0ml, 摇匀, 放置 30 分钟, 作为空白溶液, 照紫外-可见分光光度法 (通则 0401), 在 405nm 的波长处测定吸光度, 不得过 0.35 (相当于 0.04% 的 H_2O_2)。

胍 取本品 2.5g, 精密称定, 置 50ml 离心管中, 加水 25ml 使溶解, 加 5% 水杨醛甲醇溶液 0.5ml, 摇匀, 置 60°C 的水浴中加热 15 分钟, 放冷, 加甲苯 2.0ml, 密塞, 剧烈振摇 2 分钟, 离心, 取甲苯层的上清液作为供试品溶液。

另精密称取水杨醛吡嗪对照品适量, 加甲苯溶解并稀释制成每 1ml 含 9 μ g 的溶液, 作为对照品溶液。

照薄层色谱法 (通则 0502) 试验, 吸取上述两种溶液各 10 μ l, 分别点于同一二甲基硅烷化硅胶薄层板, 以甲醇-水 (2: 1) 为展开剂, 展开至溶剂前沿至薄层板 3/4 处, 取出, 晾干, 置紫外灯 (365nm) 下检视, 水杨醛吡嗪比移值 (R_f) 约为 0.3, 供试品溶液如显与对照品溶液相应的荧光斑点, 其荧光强度与对照品溶液的斑点比较, 不得更强 (0.0001%)。

水分 取本品, 照水分测定法 (通则 0832) 测定, 含水分不得过 5.0%。

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%。

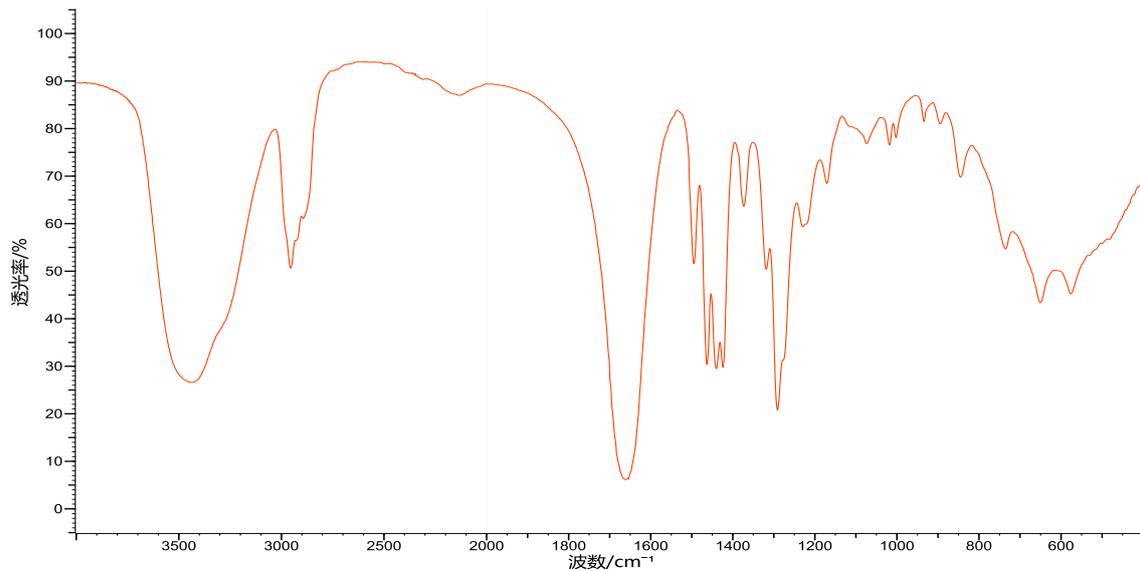
重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣, 依法检查 (通则 0821 第二法), 含重金属不得过百万分之十。

含氮量 取本品约 0.1g, 精密称定, 置凯氏定氮瓶中, 依次加入硫酸钾 10g 和硫酸铜 0.5g, 沿瓶壁缓缓加硫酸 20ml, 在凯氏定氮瓶口放一小漏斗, 用直火缓缓加热, 溶液呈澄明的绿色后, 继续加热 30 分钟, 放冷。转移至 100ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀。精密吸取 10ml, 照氮测定法 (通则 0704 第二法或第三法) 测定, 馏出液用硫酸滴定液 (0.005mol/L) 滴定, 并将滴定的结果用空白试验校正。按无水物计算, 含氮量应为 11.5%~12.8%。

【类别】 药用辅料, 黏合剂和助溶剂等。

【贮藏】 遮光, 密封保存。

附: 药用辅料聚维酮 K30 红外光吸收对照图谱



注：①本品极具引湿性。②本品在水、甲醇或乙醇中易溶，在丙酮中极微溶解，在乙醚中不溶。③为满足制剂安全性和有效性要求，必要时，可对本品中的钒进行控制。

起草单位：江苏省食品药品监督检验研究院

联系电话：025-86251150

湖南省药品检验检测研究院

聚维酮 K30 药用辅料标准草案起草说明

一、定义

参考 USP 和 EP，删除关于聚维酮 K30 平均分子量的描述。

二、性状

参考《国家药用辅料标准编写细则（2023 年暂行版）》，将臭味删除。

三、溶解度

根据“关于征求《中国药典》药用辅料标准性状项下溶解度调整意见的函”的要求，将溶解度放在“注”中。

四、鉴别

原鉴别（2）专属性较差，故删去

原鉴别（4）为了便于标准的执行，将红外光吸收图谱的比对由对照品修订为对照图谱。

五、重金属和注

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，以“注”的形式提示钒元素的控制要求。