

相色谱仪,记录色谱图,羟苯丁酯与羟苯苯酯峰的分度度应不小于3.0。取对照溶液20 μ l注入液相色谱仪,记录色谱图,主成分峰高的信噪比应大于10;再精密量取供试品溶液、对照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。供试品溶液色谱图中如有与对羟基苯甲酸酯保留时间一致的峰,按外标法以峰面积计算,含对羟基苯甲酸不得过1.0%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	40	60
17	40	60
40	0	100
45	0	100
46	40	60
52	40	60

干燥失重 取本品,置硅胶干燥器内,减压干燥至恒重,减失重量不得过0.5%(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%。

重金属 取炽灼残渣项下的遗留残渣,依法测定(通则0821第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【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 以苯基硅烷键合硅胶为填充剂,以1%冰醋酸为流动相A,以甲醇为流动相B,按下表进行梯度洗脱。检测波长254nm。取有关物质项下系统适用性溶液20 μ l,注入液相色谱仪,记录色谱图,羟苯丁酯与羟苯苯酯峰的分度度应不小于3.0。

测定法 取本品适量,精密称定,加溶剂[1%冰醋酸-甲醇(40:60)]溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液,精密量取20 μ l,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取羟苯苯酯对照品适量,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	40	60
17	40	60
18	0	100
23	0	100
24	40	60
30	40	60

【类别】 抑菌剂。

【贮藏】 密闭保存。

混合脂肪酸甘油酯(硬脂)

Hunhe Zhifangsuān Gānyóuzhī (Yīngzhī)

Hard Fat

本品为饱和脂肪酸的甘油酯,二酯与三酯的混合物。

【性状】 本品为白色或类白色的蜡状固体。

本品在二氯甲烷中易溶,在水或乙醇中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则0812第二法)为30~45℃,且应为标示值的 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。

酸值 本品的酸值(通则0713)应不大于0.5。

羟值 取本品2g,精密称定,置150ml回流瓶中,精密加入酰化剂(取酞酐25.0ml,加无水吡啶稀释至100ml,临用新制)5.0ml,水浴加热回流1小时后,加入水5ml,如果溶液浑浊,加入适量吡啶使溶液澄清,继续水浴加热回流10分钟,用中性乙醇(用0.5mol/L氢氧化钾乙醇溶液中和至酚酞指示液显中性)5ml冲洗冷凝器和回流瓶的内壁,加酚酞指示液0.2ml,趁热用乙醇制氢氧化钾滴定液(0.5mol/L)滴定至溶液显粉红色,同时做空白试验。照下式计算,本品的羟值应不大于50,应为标示值的 ± 5 ;如标示值小于5,测定值不得过5。

$$\text{羟值} = \frac{(B-A) \times N \times 56.11}{W} + D$$

式中 A 为供试品消耗乙醇制氢氧化钾滴定液(0.5mol/L)的体积,ml;

B 为空白试验消耗乙醇制氢氧化钾滴定液(0.5mol/L)的体积,ml;

N 为乙醇制氢氧化钾滴定液的浓度, mol/L;

W 为供试品的重量, g;

D 为供试品的酸值。

碘值 本品的碘值(通则0713)应不大于2.0。

过氧化值 本品的过氧化值(通则0713)应不大于3.0。

皂化值 本品的皂化值(通则0713)应为215~260,且应为标示值的95%~105%。

【鉴别】 取本品约1.0g,加二氯甲烷10ml使溶解,作为供试品溶液。照薄层色谱法(通则0502)试验,吸取供试品溶液2 μ l,点于硅胶G薄层板上,以乙醚-二氯甲烷(10:90)为展开剂,展开,展开距离应大于12cm,晾干,置碘蒸气中显色后,立即检视,应至少显示甘油三酯斑点(R_f值约为0.7, R_{st} 1),可能显示1,3-甘油二酯(R_{st} 0.6)、1,2-甘油二酯(R_{st} 0.4)和甘油一酯(R_{st} 0.07)。如果样品羟值较低,甘油一酯或甘油二酯的斑点可以很浅或缺失。

【检查】 不皂化物 取本品约5.0g,除“水浴加热回流1小时,趁热转移至带有聚四氟乙烯活塞的分液漏斗中”外,依法测定(通则0713),不皂化物不得过3.0%。

碱性杂质 取本品 2.0g, 50℃ 使熔化, 趁热加入混合溶液(取新蒸馏的丙酮 10ml、水 0.3ml 和 0.04% 溴酚蓝乙醇溶液 1 滴, 用 0.01mol/L 盐酸溶液或 0.01mol/L 氢氧化钠溶液调节至中性), 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 0.15ml。

灰分 取本品 2.0g, 依法检查(通则 2302), 遗留残渣不得过 0.05%。

重金属 取本品 1g, 加饱和氯化钠溶液 20ml, 置水浴上加热融化, 然后置冰浴中冷却, 滤过, 滤液移至 50ml 纳氏比色管中, 加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml 与水适量使成 25ml, 依法检查(通则 0821 第一法), 含重金属不得过百万分之十。

【类别】栓剂基质和释放调节剂等。

【贮藏】避光, 在低于标示熔点 5℃ 及以下温度保存。

【标示】应标明本品熔点、轻值和皂化值的标示值。

注: 本品触摸时有滑腻感。

液状石蜡

Yezhuang Shila

Liquid Paraffin

[8012-95-1]

本品系从石油中制得的多种液状饱和烃的混合物。

【性状】本品为无色澄清的油状液体; 在日光下不显荧光。

本品在乙醇中微溶, 在水中不溶。

相对密度 本品的相对密度(通则 0601)为 0.845~0.890。

黏度 本品的运动黏度(通则 0633 第一法), 在 40℃ 时(毛细管内径为 1.0mm±0.05mm)不得小于 36mm²/s。

【鉴别】(1)取本品 5ml, 置坩埚中, 加热并点燃, 燃烧时产生光亮的火焰, 并伴有石蜡的气味。

(2)取本品 0.5g, 置于燥试管中, 加等量的硫, 振摇, 加热至熔融, 即产生硫化氢的臭气。

【检查】**酸碱度** 取本品 15ml, 加沸水 30ml, 剧烈振摇 1 分钟; 冷却分离出水层, 取水层滤液 10ml, 加酚酞指示剂 2 滴, 溶液应无色; 用氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)滴定至溶液显粉红色时, 消耗氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)的体积不得过 1.0ml。

硫化物 取本品 4.0ml, 加饱和氧化铅的氢氧化钠溶液(1→5)2 滴, 加乙醇 2ml, 摇匀, 在 70℃ 水浴中加热 10 分钟, 同时振摇, 放冷后, 不得显棕黑色。

稠环芳烃 精密量取本品 25ml, 置 250ml 分液漏斗中, 加正己烷 25ml 混匀后, 再精密加二甲基亚砷 5ml, 剧烈振摇 2 分钟, 静置使分层, 将二甲基亚砷层移入另一

50ml 分液漏斗中, 用正己烷 2ml 振摇洗涤后, 静置使分层(必要时离心), 取二甲基亚砷层作为供试品溶液; 另取正己烷 25ml, 置 50ml 分液漏斗中, 精密加入二甲基亚砷 5ml, 剧烈振摇 2 分钟, 静置使分层, 取二甲基亚砷层作为空白溶液; 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 260~350nm 波长范围内测定吸光度, 最大吸光度不得过 0.10。

固形石蜡 取本品适量, 在 105℃ 干燥 2 小时, 置硫酸干燥器中放冷后, 置 50ml 纳氏比色管中至 50ml, 密塞, 置 0℃ 冷却 4 小时, 如产生浑浊, 与对照液(0.01mol/L 盐酸溶液 0.15ml, 加稀硝酸 6ml 与硝酸银试液 1.0ml, 加水稀释至 50ml, 在暗处放置 5 分钟)比较, 不得更深。

易炭化物 取本品 5ml, 置长约 160mm, 内径约 25mm 的具塞试管中, 加硫酸[含 H₂SO₄ 94.5%~95.5%(g/g)] 5ml, 置沸水浴中加热, 30 秒后迅速取出, 密塞, 上下强力振摇 3 次, 振幅在 12cm 以上, 时间不超过 3 秒, 再放置水浴中加热, 每隔 30 秒取出, 如上法振摇, 如此 10 分钟后取出, 静置使分层, 依法检查(通则 0842), 石蜡层不得显色; 酸层如显色, 与对照液(取比色用重铬酸钾 1.5ml, 比色用二氧化钴液 1.3ml 与比色用硫酸铜液 0.5ml, 加水 1.7ml, 再加本品 5ml 混合制成)比较, 不得更深。

重金属 取本品 1.0g, 置坩埚中, 缓慢灼烧至炭化, 在 450~550℃ 灼灼使完全灰化, 放冷, 加盐酸 2ml, 置水浴上蒸干后, 依法检查(通则 0821 第二法), 含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品 1.0g, 置坩埚中, 加 2% 硝酸镁的乙醇溶液 10ml, 灼烧至灰化(如有未炭化的物质, 加硝酸少许, 再次灼烧至灰化), 放冷, 加盐酸 5ml; 置水浴上加热溶解, 加水 23ml, 依法检查(通则 0822 第一法), 应符合规定(0.0002%)。

【类别】润滑剂和软膏基质等。

【贮藏】密封保存。

淀粉水解寡糖

Dianfen Shuijiegutang

Dextrates

[39404-33-6]

本品是由淀粉经酶水解并纯化得到的糖类混合物, 可为无水物或水合物。按干燥品计算, 葡萄糖当量值应为 93.0%~99.0%。

【性状】本品为白色、具流动性的多孔球形结晶性颗粒。

本品在水中易溶, 在乙醇或丙二醇中不溶。

【检查】**酸度** 取本品 20% 水溶液, 依法测定(通则 0631), pH 值应为 3.8~5.8。