

合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 A，水为流动相 B，按下表进行梯度洗脱；检测波长为 360nm。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	50	50
11	100	0
11.5	50	50
30	50	50

精密量取对照品溶液 5 μ l，连续进样 6 次，各成分峰之间的分离度不小于 2.0，各成分峰的相对标准偏差不大于 2.0%。

另精密量取对照品溶液、供试品溶液和空白溶液各 5 μ l，分别进样，记录色谱图。

供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液保留时间一致的颜色峰，按下式计算甲醛、乙醛含量。

$$\text{甲醛含量} = 0.1429 \times \frac{C_{S_1}}{A_{S_1}} \times \frac{(A_1 - A_{1_0})}{C} \times 100\%$$

式中 C_{S_1} 为对照品溶液中甲醛 2,4-二硝基苯肼的浓度，mg/ml；

A_{S_1} 为对照品溶液中甲醛 2,4-二硝基苯肼的峰面积；

A_1 为供试品中甲醛 2,4-二硝基苯肼的峰面积；

A_{1_0} 为空白溶液中甲醛 2,4-二硝基苯肼相应位置的峰面积；

C 为供试品溶液浓度，mg/ml；

0.1429 为甲醛 2,4-二硝基苯肼折算为甲醛的系数。

$$\text{乙醛含量} = 0.1965 \times \frac{C_{S_2}}{A_{S_2}} \times \frac{(A_2 - A_{2_0})}{C} \times 100\%$$

式中 C_{S_2} 为对照品溶液中乙醛 2,4-二硝基苯肼的浓度，mg/ml；

A_{S_2} 为对照品溶液中乙醛 2,4-二硝基苯肼的峰面积；

A_2 为供试品中乙醛 2,4-二硝基苯肼的峰面积；

A_{2_0} 为空白溶液中乙醛 2,4-二硝基苯肼相应位置的峰面积；

C 为供试品溶液浓度，mg/ml；

0.1965 为乙醛 2,4-二硝基苯肼折算为乙醛的系数。

附：

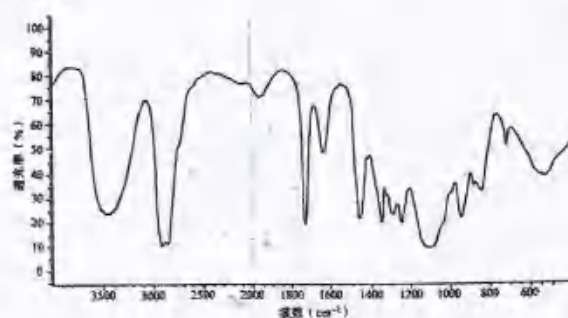


图 药用辅料聚山梨酯 60 红外光吸收对照图谱
(试样制备：膜法)

聚山梨酯 80

Jushanlizhi 80

Polysorbate 80

[9003-65-6]

本品系油酸山梨坦和环氧乙烷聚合而成的聚氧乙烯 20 油酸山梨坦。

【性状】本品为淡黄色至橙黄色的黏稠液体。

本品在水、乙醇、甲醇或乙酸乙酯中易溶。

相对密度 本品的相对密度(通则 0601)为 1.06~1.09。

黏度 本品的运动黏度(通则 0633 第一法)，在 25℃ 时(毛细管内径为 2.0~2.5mm)为 350~550mm²/s。

酸值 取本品约 10g，精密称定，置 250ml 锥形瓶中，加中性乙醇(对酚酞指示液显中性)50ml，振摇使溶解(必要时，缓慢加热回流使溶解)，加酚酞指示液 5 滴，用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定，酸值(通则 0713)不得过 2.0。

羟值 本品的羟值(通则 0713)为 65~80。

过氧化值 取本品 5g，精密称定(W)，置带搅拌子的烧杯中，加冰醋酸 30ml，搅拌使溶解，加入碘化钾试液 0.5ml，准确搅拌 1 分钟，加水 30ml，即为供试品溶液。

照电位滴定法(通则 0701)，用硫代硫酸钠滴定液(0.01mol/L)滴定，记录第一突跃点消耗滴定液的体积(A)，同时做空白试验，记录空白试验消耗硫代硫酸钠滴定液(0.01mol/L)的体积(B)，并按下式计算过氧化值，本品的过氧化值不得过 10。

$$\text{供试品的过氧化值} = 10 \times \frac{(A-B)}{W}$$

皂化值 本品的皂化值(通则 0713)为 45~55。

【鉴别】(1)本品的红外光吸收图谱应与对照图谱(附图)一致(通则 0402)。

(2)照脂肪酸组成试验，应符合规定。

【检查】酸碱度 取本品 0.50g，加水 10ml 溶解后，依法测定(通则 0631)，pH 值应为 5.0~7.5。

颜色 取本品 10ml，与同体积的对照液(取比色用重铬酸钾液 8.0ml 与比色用氯化钴液 0.8ml，加水至 10ml)比较，不得更深。

环氧乙烷和二氧六环 取本品约 1g，精密称定，置顶空瓶中，精密加水 1.0ml，密封，摇匀，作为供试品溶液。

精密量取环氧乙烷水溶液对照品适量，用水稀释制成每 1ml 中约含 2 μ g 的溶液，作为环氧乙烷对照品溶液。另取二氧六环对照品适量，精密称定，用水制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液，作为二氧六环对照品溶液。

取本品约 1g，精密称定，置顶空瓶中，精密加环氧乙烷对照品溶液与二氧六环对照品溶液各 0.5ml，密封，摇

匀, 作为对照溶液。

精密量取环氧乙烷对照品溶液及二氧六环对照品溶液各 0.5ml 置顶空瓶中, 加新配制的 0.001% 乙醚溶液 0.1ml, 密封, 摇匀, 作为系统适用性(灵敏度)溶液。

照气相色谱法(通则 0521)测定。以聚二甲基硅氧烷为固定液, 起始温度为 35℃, 维持 5 分钟, 以每分钟 5℃ 的速率升温至 180℃, 然后以每分钟 30℃ 的速率升温至 230℃, 维持 5 分钟(根据分离情况调整时间)。进样口温度为 150℃, 氢火焰离子化检测器温度为 250℃, 顶空平衡温度为 70℃, 平衡时间 45 分钟。

取系统适用性(灵敏度)溶液顶空进样, 调节检测灵敏度使环氧乙烷和二氧六环峰高的信噪比均大于 10, 乙醚峰和环氧乙烷峰的分离度不小于 2.0。

分别取供试品溶液及对照溶液顶空进样, 重复进样至少 3 次。环氧乙烷峰面积的相对标准偏差应不得过 15%, 二氧六环峰面积的相对标准偏差应不得过 10%, 按标准加入法计算, 含环氧乙烷不得过 0.0001%, 含二氧六环不得过 0.001%。

冻结试验 取本品, 置玻璃容器内, 于 5℃±2℃ 放置 24 小时, 不得冻结。

水分 取本品, 照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定, 含水分不得过 3.0%。

炽灼残渣 取本品 1.0g, 依法检查(通则 0841), 遗留残渣不得过 0.2%。

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。

脂肪酸组成 取本品约 0.1g, 精密称定, 置 50ml 锥形瓶中, 加 2% 氢氧化钠甲醇溶液 2ml, 置 65℃ 水浴中加热回流 30 分钟, 放冷, 加 14% 三氯化铝甲醇溶液 2ml, 再在水浴中加热回流 30 分钟, 放冷, 加正庚烷 4ml, 继续在水浴中加热回流 5 分钟, 放冷, 加饱和氯化钠溶液 10ml, 振摇, 静置使分层, 取上层液, 用水洗涤 3 次, 每次 4ml, 上层液经无水硫酸钠干燥后, 作为供试品溶液。

照气相色谱法(通则 0521)测定。以聚乙二醇-20M 为固定液的石英毛细管柱(0.32mm×30m, 0.50μm)为色谱柱, 起始温度为 90℃, 以每分钟 20℃ 的速率升温至 160℃, 维持 1 分钟, 再以每分钟 2℃ 的速率升温至 220℃, 维持 20 分钟, 进样口温度为 190℃, 检测器温度为 250℃。

分别称取十四烷酸甲酯、棕榈酸甲酯、棕榈油酸甲酯、硬脂酸甲酯、油酸甲酯、亚油酸甲酯与亚麻酸甲酯对照品适量, 加正庚烷溶解并制成每 1ml 中各约含 1mg 的溶液, 取 1μl 注入气相色谱仪, 记录色谱图, 理论板数按油酸甲酯峰计算不低于 10 000, 各色谱峰的分离度应符合要求。取供试品溶液 1μl 注入气相色谱仪, 记录色谱图, 按面积归一化法计算(峰面积小于 0.05% 的峰可忽略不计), 含油酸应不低于 58.0%, 含十四烷酸、棕榈酸、棕榈油酸、硬脂酸、亚油酸与亚麻酸分别不得过 5.0%、16.0%、8.0%、6.0%、

18.0% 与 4.0%。

【类别】增溶剂、乳化剂和蛋白稳定剂等。

【贮藏】遮光, 密封保存。

【标示】①应标明本品乙二醇和二甘醇的标示值(可按下述测定方法测定)。②应标明本品甲醛和乙醛的标示值(可按下述测定方法测定, 建议使用色谱级乙腈配制溶液)。

乙二醇和二甘醇 取本品约 4g, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 精密加入内标溶液(取 1,3-丁二醇适量, 用无水乙醇稀释制成每 1ml 中含 4mg 的溶液)1.0ml, 加无水乙醇稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

另取乙二醇、二甘醇对照品适量, 精密称定, 加无水乙醇稀释制成每 1ml 含乙二醇、二甘醇各 4mg 的溶液, 作为对照品贮备液; 精密量取对照品贮备液 1.0ml 与内标溶液 1.0ml, 置 100ml 量瓶中, 加无水乙醇稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。

根据产品乙二醇和二甘醇的标示值, 精密量取对照品溶液适量, 用无水乙醇稀释制成与产品标示值限度浓度一致的溶液, 摇匀, 作为灵敏度溶液。

照气相色谱法(通则 0521)测定。以 50% 苯基-50% 甲基聚硅氧烷为固定液(0.53mm×30m, 1.0μm), 起始温度为 40℃, 以每分钟 10℃ 的速率升温至 60℃, 维持 5 分钟后, 以每分钟 5℃ 的速率升温至 110℃, 维持 5 分钟, 再以每分钟 15℃ 的速率升温至 170℃, 维持 5 分钟, 再以每分钟 35℃ 的速率升温至 280℃, 维持 30 分钟(根据样品残留情况可调整时间)。进样口温度为 270℃, 氢火焰离子化检测器温度为 290℃。

精密量取灵敏度溶液 1μl, 进样, 调节检测灵敏度使乙二醇、二甘醇峰高的信噪比均大于 10。

另精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1μl, 分别进样, 记录色谱图。按内标法以峰面积计算。

甲醛和乙醛 避光操作, 临用新制。

取本品 0.5g, 精密称定, 置 10ml 量瓶中, 加乙腈 1.0ml 和 2,4-二硝基苯肼衍生化溶液(取 2,4-二硝基苯肼 250mg, 置 50ml 量瓶中, 加乙腈 20ml, 超声使溶解, 加盐酸 3ml, 混匀, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀, 即得 12.0ml 溶液, 摇匀, 静置反应 15 分钟, 加乙腈稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

取甲醛 2,4-二硝基苯肼适量, 精密称定, 用乙腈溶解并稀释制成每 1ml 中含 250μg 的甲醛 2,4-二硝基苯肼贮备溶液; 另取乙醛 2,4-二硝基苯肼适量, 精密称定, 用乙腈溶解并稀释制成每 1ml 中含 300μg 的乙醛 2,4-二硝基苯肼贮备液; 精密量取甲醛 2,4-二硝基苯肼贮备溶液 2.0ml 和乙醛 2,4-二硝基苯肼贮备溶液 10.0ml, 置 100ml 量瓶, 加乙腈稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。

另取 10ml 量瓶, 加乙腈 1.0ml 和 2,4-二硝基苯肼衍生化溶液 2.0ml, 摇匀, 静置反应 15 分钟, 加乙腈稀释至刻度, 摇匀, 作为空白溶液。

照高效液相色谱法(通则 0512)测定, 用辛烷基硅烷键