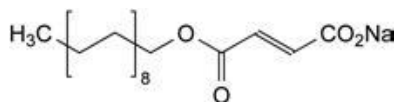


附件:

硬脂富马酸钠

Yingzhi Fumasuanna

Sodium Stearyl Fumarate



$C_{22}H_{39}NaO_4$ 390.54

[4070-80-8]

本品为(E)-丁烯二酸十八醇酯钠盐,按无水物计算,含 $C_{22}H_{39}NaO_4$ 应为 99.0~101.5%。

【性状】本品为白色或类白色粉末。可带扁平的球形颗粒聚结物。

本品在甲醇中微溶,在水、乙醇或丙酮中几乎不溶。

皂化值 取本品约 0.45g,精密称定,置 250ml 回流瓶中,精密加入 0.55%氢氧化钾无水乙醇溶液(临用新制) 50ml,加热回流 2 小时,用 70%乙醇溶液 10ml 冲洗冷凝管内壁,再用水冲洗 3 次,每次 10ml,冷却至室温,再用 70%乙醇溶液洗涤 2 次,每次 10ml,加酚酞指示液 1.0ml,用盐酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液的粉红色刚好褪去,同时做空白试验。照下式,按无水物计算,皂化值应为 142.2~146.0。

$$\text{皂化值} = \frac{(V_2 - V_1) \times 5.61}{M \times (1 - A)}$$

式中: V_1 为样品消耗盐酸滴定液(0.1mol/L)的体积, ml;

V_2 为空白消耗盐酸滴定液(0.1mol/L)的体积, ml;

M 为样品称样量, g;

A 为样品的水分。

【鉴别】(1) 本品的红外光吸收图谱应与对照品图谱一致(通则0402)。

(2) 本品显钠盐的鉴别反应(1) (通则0301)。

【检查】 有关物质 照气相色谱法(通则0521)测定。

色谱条件及系统适用性 用二甲基聚硅氧烷毛细管色谱柱(HP-1, 0.53mm×15m×0.15μm 或 HP-5, 0.32mm×30m×0.25μm),柱温在 180℃维持 1 分钟,以每分钟 7℃的升温速率从 180℃升至 320℃,维持 5 分钟,载气为氦气,流速为每分钟 2ml;进样口温度为 250℃,分流比为 25:1,用氢火焰离子化检测器,检测器温度为 320℃。取硬脂马来酸钠对照品与硬脂富马酸钠对照品各 1.0mg,精密加入硅烷化溶液【取 N,O-双(三甲基硅烷基)三氟乙酰胺 2ml,加三甲基氯硅烷 0.02ml,混匀】1ml,密封,在 70℃加热 1 小时,滤过,精密量取续滤液 2μl 注入气相色谱仪,记录色谱图,硬脂三甲基硅烷马来酸钠酯峰与硬脂三甲基硅烷富马酸钠酯峰的分离度应不小于 1.5。

测定法 称取本品 15.0mg,精密加入硅烷化溶液 1ml,密封,在 70℃加热 1 小时,滤

过,精密量取续滤液 2 μ l 注入气相色谱仪,记录色谱图。按面积归一化法计算,含硬脂马来酸钠不得过 0.25%,其他单个杂质不得过 0.5%,杂质总量不得过 5.0%。

丙酮(生产工艺中使用丙酮时测定) 照残留溶剂测定法(通则 0861)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用(14%氰丙基-苯基)甲基聚硅氧烷毛细管柱,柱温在 30℃ 维持 2 分钟,然后以每分钟 5℃ 的速率升温到 40℃,维持 20 分钟,再以每分钟 20℃ 的速率升温到 120℃,维持 5 分钟,再以每分钟 30℃ 的速率升温到 150℃,维持 1 分钟;流速为每分钟 2.0ml,进样口温度为 150℃,分流比为 20:1;检测器为氢火焰离子化检测器(FID),温度为 250℃;顶空进样,顶空瓶平衡温度为 80℃,平衡时间为 20 分钟,丙酮峰与相邻峰的分离度应大于 1.5。

测定法 取本品 0.12g,置顶空瓶中,精密称定,精密加入二甲亚砜 3ml,密封,作为供试品溶液。取丙酮适量,精密称定,用二甲亚砜稀释制成每 1ml 中约含 4.8mg 的溶液,作为对照品贮备液;精密量取 1ml,置 250ml 量瓶中,用二甲亚砜稀释至刻度,摇匀,精密量取 3ml,置顶空瓶中,密封,作为对照品溶液(约为 19.2 μ g/ml)。取供试品溶液和对照品溶液顶空进样,记录色谱图,按外标法以峰面积计算,含丙酮不得过 0.05%。

甲苯(生产工艺中使用甲苯时测定) 照残留溶剂测定法(通则 0861)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用(14%氰丙基-苯基)甲基聚硅氧烷毛细管柱,柱温在 30℃ 维持 2 分钟,然后以每分钟 5℃ 的速率升温到 40℃,维持 20 分钟,再以每分钟 20℃ 的速率升温到 120℃,维持 5 分钟,再以每分钟 30℃ 的速率升温到 150℃,维持 1 分钟;流速为每分钟 2.0ml,进样口温度为 150℃,分流比为 20:1;检测器为氢火焰离子化检测器(FID),温度为 250℃;顶空进样,顶空瓶平衡温度为 110℃,平衡时间为 30 分钟,甲苯峰与相邻峰的分离度应大于 1.5。

内标溶液的制备 取丁酮适量,精密称定,用二甲亚砜稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液,作为内标贮备液;精密量取内标贮备液 2ml,置 250ml 量瓶中,用二甲亚砜稀释至刻度,摇匀,作为内标溶液(约为 2.4 μ g/ml)。

测定法 取本品 0.60g,置顶空瓶中,精密称定,精密加入内标溶液 3ml,密封,作为供试品溶液。取甲苯适量,精密称定,用二甲亚砜稀释制成每 1ml 中约含 0.52mg 的溶液,作为对照品贮备液;精密量取 1ml,置 250ml 量瓶中,精密加入内标贮备液 2ml,用二甲亚砜稀释至刻度,摇匀,精密量取 3ml,置顶空瓶中,密封,作为对照品溶液(约为 2 μ g/ml)。取供试品溶液和对照品溶液顶空进样,记录色谱图,按内标法计算,含甲苯不得过 0.089%。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法)测定,含水分不得过 5.0%。

重金属 取本品 1.0g,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。若含重金属小于百万分之十,则不必进行铅检查,若含重金属大于百万分之十,进行铅检查。

铅 取本品 0.5g,置于聚四氟乙烯消解罐中,加入硝酸 10ml,过氧化氢 2ml,浸泡过夜,密封,放入微波消解装置中消解(微波消解采用梯度升温控制方式,参数采用 10 分钟升温至 190℃,保持 3 小时),冷却,将消解液转移至 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。照原子吸收分光光度法(通则 0406 第一法)测定,本品含铅不得过百万分之十。

砷盐 取本品 1.3g，加 2%硝酸镁乙醇溶液 10ml，点燃烧尽后，用小火炽灼至炭化，放冷，加硝酸 0.5ml，继续加热至氧化氮蒸气除净后，置 500~600℃炽灼使完全炭化，加盐酸 3ml，水浴加热使残渣溶解，依法检查（通则 0822 第二法），应符合规定（0.00015%）。

【含量测定】 取本品约 0.25g，精密称定，加二氯甲烷 10ml 与冰醋酸 30ml 使溶解后，照电位滴定法（通则 0701），用高氯酸滴定液（0.1mol/L）滴定，并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液（0.1mol/L）相当于 39.05mg 的 $C_{22}H_{39}NaO_4$ 。

【类别】 药用辅料，润滑剂。

【贮藏】 遮光，密封保存。

【标示】 应标明本品粒度分布和比表面积的标示值。

起草单位：湖南省药品检验研究院

联系电话：0731-82275835

复核单位：湖北省药品监督检验研究院