

果 胶

Guojiao

Pectin

[9000-69-5]

本品系从柑橘皮或苹果渣中提取得到的碳水化合物。按干燥品计算，含甲氧基(-OCH₃)不得少于6.7%，含半乳糖醛酸(C₆H₁₀O₇)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，置离心管中，加入三氟醋酸溶液(6.7→100)2ml，强力振摇使成凝胶状，密塞，120℃放置1小时，离心，取上清液转移至蒸发皿中，加水10ml，60℃旋转减压蒸干。残渣加90%甲醇溶液2ml使溶解，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，作为混合对照品溶液。照薄层色谱法(通则0502)试验，吸取供试品溶液和混合对照品溶液各1μl，分别点于同一Merck硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-冰醋酸-水(2:1:1)为展开剂，二次展开，两次展开距离均约15cm，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。供试品图谱中，在与果糖、半乳糖、半乳糖醛酸对照品色谱相应的位置上，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 0.5×10^{-5} mol。

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

式中 A_{0-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。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。

砷盐 取本品 0.67g, 加盐酸 5ml 与水 23ml, 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 0521 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%。

【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, 加新沸的冷水 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 。另取新沸的冷水 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 $C_6H_{10}O_7$ 。

计算公式:

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

酯化度 按下式计算本品的酯化度。

计算公式:

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

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-OCH₃;

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 —供试品初始滴定体积 (ml) ;

V_2 —供试品皂化滴定体积 (ml) ;

V_{01} --空白初始滴定体积 (ml) ;

V_{02} --空白皂化滴定体积 (ml) ;

W_1 —样品处理前称样量 (g) ;

W_2 —样品经处理后称样量 (g) ;

W —样品经处理后 1/10 的称样量 (g) ;

a —样品干燥失重减少百分含量 (%)。

微生物限度 取本品, 依法检查 (通则 1107), 每 1g 中细菌数不得过 1000cfu, 霉菌和酵母菌数不得过 100cfu, 不得检出大肠埃希菌。

【类别】 药用辅料, 增稠剂、释放阻滞剂和胶凝剂等。

【贮藏】 密封保存。

【标识】 标明产品酯化度的限度要求。

【起草单位】 广东省药品检验所 联系电话: 020-81886382

【复核单位】 上海市食品药品检验所