

附件:

中链甘油三酸酯

Zhonglian Zhifangsuan Ganyou Sanzhi

Medium-Chain Triglycerides

本品系由椰子 (*Cocos nucifera* L.) 胚乳的坚硬干燥部分或油棕 (*Elaeis guineensis* Jacq) 胚乳的干燥部分提取的脂肪油分离出的辛酸 ($C_8H_{16}O_2$)、癸酸 ($C_{10}H_{20}O_2$) 等饱和脂肪酸, 与甘油酯化而得的甘油三酯混合物, 其中辛酸与癸酸的总量不得少于95.0%。

【性状】 本品为无色或微黄色的澄清油状液体; 几乎无臭。

本品可与二氯甲烷、石油醚或大豆油混溶, 在甲醇中易溶, 在水中几乎不溶。

相对密度 本品的相对密度 (通则0601) 为0.93~0.96。

折光率 本品的折光率 (通则0622) 为1.440~1.452。

黏度 本品的动力黏度 (通则0633 第一法), 在20℃时 (毛细管内径为1.5mm) 为25~33mPa s。

酸值 本品的酸值 (通则0713) 不大于0.2。

皂化值 本品的皂化值 (通则0713) 为310~360。

羟值 本品的羟值 (通则0713) 不得过10。

碘值 本品的碘值 (通则 0713) 不得过 1.0。

过氧化值 本品的过氧化值 (通则 0713) 不得过 1.0。

【鉴别】 (1) 取本品 3.0g, 加 2mol/L 氢氧化钾乙醇溶液-乙醇 (1:1) 50ml, 加热回流 30 分钟, 放冷, 取此溶液 40ml, 加水 30ml 混匀, 蒸发除去乙醇, 乘热加入稀盐酸 25ml 使酸化, 放冷, 移至分液漏斗中, 用乙醚 50ml 振摇提取, 乙醚液用 20% 氯化钠溶液洗涤 3 次, 每次 10ml, 乙醚液经无水硫酸钠滤过, 并蒸去乙醚。取残留物 0.3g, 依法测定 (通则 0713), 酸值应为 350~390。

(2) 在脂肪酸组成项下记录的色谱图中, 供试品溶液中辛酸甲酯峰、癸酸甲酯峰的保留时间应分别与对照品溶液中相应峰的保留时间一致。

【检查】澄清度与颜色 本品应澄清无色; 如显色, 与黄色 3 号标准比色液 (通则 0901 和通则 0902) 比较, 不得更深。

不皂化物 取本品 5.0g, 精密称定, 置 250ml 回流瓶中, 加氢氧化钾乙醇溶液 (取氢氧化钾 12g, 加水 10ml 溶解, 用乙醇稀释至 100ml, 混匀) 50ml, 水浴加热回流 1 小时, 放冷至 25℃ 以下, 移至分液漏斗中, 用水洗涤回流瓶 2 次, 每次 50ml, 洗液并入分液漏斗中。用乙醚提取 3 次, 每次 100ml; 合并乙醚提取液, 用水洗涤乙醚提取液 3 次, 每次 40ml, 静置分层, 弃去水层; 依次用 3% 氢氧化钾溶液与水洗涤乙醚层各 3 次, 每次 40ml, 再用水 40ml 反复洗涤乙醚层直至最后洗液中加入酚酞指示液 2 滴不显红色。转移乙醚提取液至已恒重的蒸发皿中, 用乙醚 10ml 洗涤分液漏斗, 洗液并入蒸发皿中, 置 50℃ 水浴上蒸去乙醚, 用丙酮 6ml 溶解残渣, 置气流中挥去丙酮。在 105℃ 干燥至连续两次称重之差不超过 1mg, 不皂化物不得过 0.5%。

用中性乙醇 20ml 溶解残渣, 加酚酞指示液数滴, 用乙醇制氢氧化钠滴定液 (0.1mol/L) ①滴定至粉红色持续 30 秒不褪色, 如果消耗乙醇制氢氧化钠滴定液 (0.1mol/L) 超过 0.2ml, 残渣总量不能当作不皂化物重量, 试验必须重做。

碱性杂质 取本品 2.0g, 加乙醇 1.5ml 与乙醚 3.0ml 使溶解, 加溴酚蓝指示液 (取溴酚蓝 50mg, 加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 0.75ml 与乙醇 10ml 使溶解, 用水稀释至 50ml) 1 滴,

用盐酸滴定液(0.01mol/L)滴定至溶液变为黄色,消耗盐酸滴定液(0.01mol/L)不得过 0.15ml。

水分 取本品约 10.0g,精密称定,照水分测定法(通则 0832 第一法)测定,含水分不得过 0.2%。

炽灼残渣 取本品 2.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

金属元素(供注射用) 取本品0.1g于微波消解罐内中,加入硝酸8ml和浓过氧化氢溶液(30%) 2ml,盖上内塞,静置过夜,然后进行预消解(100℃, 2小时),微波消解程序见表1,拧紧外盖后按此程序进行消解。消解完成待冷却至室温后,敞口放置恒温加热的赶酸板中,120℃赶酸至溶液剩余1ml左右,停止加热,冷却后转移至10ml量瓶中,用去离子水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;同时制备试剂空白溶液;另精密量取混合元素标准溶液(0.1μg/ml)适量,用1%硝酸溶液稀释制成每1ml中含铜、铅、铬、镍、锡浓度分别为0、0.5、1、2、5、10、20、30ng的系列标准曲线用溶液。照电感耦合等离子体质谱法(通则0412 第一法)测定,各金属元素的测定波长见表2。含铬不得过0.000005%,铜不得过0.00001%,铅不得过0.00001%,镍不得过0.00001%,锡不得过0.00001%。

表 1 微波消解程序

步骤	温度/℃	升温时间/min	保持时间/min
1	120	6	2
2	150	5	5
3	180	5	10
4	200	5	20

表 2 测定波长

金属元素	测定波长/cm
铬	357.8
铜	324.7
铅	283.3
镍	232.0
锡	286.3

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 4.0g,置 100ml 回流瓶中,加甲醇 40ml 与 6%氢氧化钾甲醇溶液 0.5ml,水浴加热回流 15 分钟使溶液澄清,放冷,移至分液漏斗中,用正庚烷 20ml 洗涤回流瓶,洗液并入分液漏斗中,加水 40ml,用力振摇提取,静置分层,水层再用正庚烷 20ml 提取一次,合并正庚烷层,用水洗涤两次,每次 20ml,取正庚烷层,经无水硫酸钠干燥,作为供试品溶液;分别取己酸甲酯、辛酸甲酯、癸酸甲酯、十二烷酸甲酯与十四烷酸甲酯适量,加正庚烷溶解并稀释制成每 1ml 中分别含 2、65、65、35、31mg 的溶液,作为对照品溶液。照气相色谱法(通则 0521)测定,以聚乙二醇(或极性相近)为固定液,起始柱温为 70℃,维持 1 分钟,以每分钟 5℃的速率升温至 240℃,维持 15 分钟。进样口温度为 250℃,检测器温度为 250℃。分别取硬脂酸甲酯与油酸甲酯适量,加正庚烷溶解并稀释制成每 1ml 中分别含 0.1mg 的溶液,取 1μl 注入气相色谱仪,记录色谱图,硬脂酸甲酯峰与油酸甲酯峰的分离度应符合要求。取供试品溶液与对照品溶液各 1μl,分别注入气相色谱仪,记录色谱

图,按面积归一化法计算,含己酸不得过 2.0%,辛酸应为 50.0%~80.0%,癸酸应为 20.0%~50.0%,十二烷酸不得过 3.0%,十四烷酸不得过 1.0%。

细菌内毒素 取本品,使用灵敏度 0.06EU/ml 以上的鲎试剂,依法检查(通则 1143),每 1g 中含内毒素的量应小于 6EU。

无菌(供无除菌工艺的无菌制剂用) 取本品,依法检查(通则 1101),应符合规定。

微生物限度 取本品 10ml,依法检查(通则 1105 与通则 1106),加 45℃ 含 10% 聚山梨酯 80 的胰酪大豆胨液体培养基 90ml,使分散均匀,制成 1:10 供试液。取 1:10 供试液 10ml 按薄膜过滤法*,加入 45℃ 含 0.1% 聚山梨酯 80 的 pH7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液冲洗 2 次(100ml/次),测定需氧菌总数、霉菌和酵母菌总数;取 1:10 供试液 10ml 至 100ml 胰酪大豆胨液体培养基检查大肠埃希菌;取本品 10ml,加 45℃ 含 10% 聚山梨酯 80 的胰酪大豆胨液体培养基 100ml 检查沙门菌,依法测定。每 1ml 供试品中需氧菌总数不得过 100cfu,霉菌和酵母菌总数不得过 20cfu,不得检出大肠埃希菌;每 10ml 供试品中不得检出沙门菌。(*注:滤膜膜面直径 75mm)

【类别】 药用辅料,溶剂和乳化剂等。

【贮藏】 遮光,密闭保存。

①乙醇制氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)的制备:取 50% 氢氧化钠溶液 2ml,加乙醇 250ml,摇匀,即得(如溶液浑浊,配制后放置过夜,取上清液)。取苯甲酸约 0.2g,精密称定,加乙醇 10ml 与水 2ml 溶解,加酚酞指示液 2 滴,用上述滴定液滴定至溶液显持续浅粉红色。每 1ml 乙醇制氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 12.21mg 的苯甲酸。

起草单位:上海市食品药品检验所

联系电话:18001678873

复核单位:中国食品药品检定研究院包装材料与药用辅料检定所