

附件：芝麻油药用辅料标准草案公示稿

芝麻油

Zhimayou
Sesame Oil

本品为脂麻科植物脂麻 *Sesamun indicum* L.的成熟种子经榨取并精制得到的脂肪油。

【性状】 本品为几乎无色至浅黄色的澄清液体。

本品可与乙醚或石油醚混溶，在无水乙醇中微溶，在乙醇中不溶。

相对密度 本品的相对密度（通则 0601）为 0.917~0.923。

折光率 本品的折光率（通则 0622）为 1.471~1.475。

脂肪酸凝点 本品的脂肪酸凝点（通则 0713）为 20~25℃。

酸值 本品的酸值（通则 0713）应不大于 0.2。

碘值 本品的碘值（通则 0713）应为 103~116。

过氧化值 本品的过氧化值（通则 0713）应不大于 5.0。

皂化值 本品的皂化值（通则 0713）应为 188~195。

【鉴别】 取本品 1ml 和蔗糖 0.1g，加至浓盐酸 10ml 中，摇 30 秒，酸层即显浅红色，静置后显红色。

【检查】 不皂化物 取本品 5.0g，依法测定（通则 0713），不皂化物不得过 1.5%。

碱性杂质 取本品，依法测定（通则 0713），消耗盐酸滴定液（0.01mol/L）的体积不得过 0.1ml。

甲氧基苯胺值（供注射用） 取本品 2.0g，依法测定（通则 0713），甲氧基苯胺值应不大于 5.0。

水分 取本品，照水分测定法（通则 0832 第一法 2）测定，含水分不得过 0.1%。

甘油三酯组成 取本品适量，精密称定，加丙酮-二氯甲烷（1:1）溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液，作为供试品溶液。

取三油酸甘油酯（OOO）对照品适量，精密称定，加丙酮-二氯甲烷（1:1）溶解并分别定量稀释制成每 1ml 中约含为 0.0256mg、0.16mg、0.32mg、0.80mg、1.6mg 的溶液，作为对照品溶液。

照高效液相色谱法（通则 0512）试验，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（250mm×4mm，4μm 或 250mm×4.6mm，5μm，两根相同型号的色谱柱串联或效能相当的色谱柱）；以丙酮-二氯甲烷-乙腈（5：15：80）为流动相 A，以丙酮-二氯甲烷-乙腈（20：60：20）为流动相 B，按下表进行梯度洗脱；流速为每分钟 1.0ml；柱温为 35℃；检测器为蒸发光散射检测器（参考条件：漂移管温度为 85℃；载气流量为每分钟 1.5L）。

时间 (分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
15	75	25
25	75	25
70	0	100
75	100	0
80	0	100

精密量取上述对照品溶液各 20 μ l, 分别注入液相色谱仪中, 记录色谱图, 以对照品溶液浓度的对数值与相应峰面积的对数值计算直线回归方程, 相关系数 (r) 应不小于 0.99。

精密量取供试品溶液 20 μ l 注入液相色谱仪中, 记录色谱图, 参考附图中各甘油三酯的定位信息, 确定供试品中各甘油三酯峰的保留时间, 三油酸甘油酯 (OOO) 峰与 1-亚油酸-2-油酸-3-硬脂酸甘油酯 (SOL) 峰的分度应符合要求。供试品溶液色谱图中任何峰面积占比 0.5% 以下的峰可忽略不计, 将各甘油酯峰面积带入直线回归方程计算相应浓度, 以算得的各甘油酯浓度的总和作为总甘油酯。按归一化法以总甘油酯浓度为 100% 计算下列甘油酯占总甘油酯百分比, 应符合以下规定:

甘油三酯	含量百分比 (%)
LLL	7.0~19.0
OLL	13.0~30.0
PLL	5.0~9.0
OOL	12.0~23.0
POL	6.0~14.0
OOO	5.0~16.0
SOL	2.0~8.0
POO	2.0~10.0

微生物限度 (供注射用) 取本品, 用含 0.1% 聚山梨酯 80 的 pH7.0 氯化钠-蛋白胨缓冲液稀释, 依法检查 (通则 1105 与通则 1106), 每 1ml 供试品中需氧菌总数不得过 10^3 cfu, 霉菌和酵母菌总数不得过 10^2 cfu, 不得检出大肠埃希菌。

细菌内毒素 (供注射用) 取本品, 加入细菌内毒素检查用水将供试品制成所需浓度的溶液, 涡旋混合 3 分钟, 离心, 取水层, 依法检查 (通则 1143), 每 1mg 芝麻油 (供注射用) 中含内毒素的量应小于标示值。

【类别】 药用辅料, 溶剂和分散剂等。

【贮藏】 遮光, 密封保存。

【标示】 ①应标明每 1mg 芝麻油 (供注射用) 中含内毒素的量应小于的标示值; ②如

加抗氧化剂，应标明抗氧化剂名称与用量；③如充入惰性气体，应标明惰性气体种类。

附：

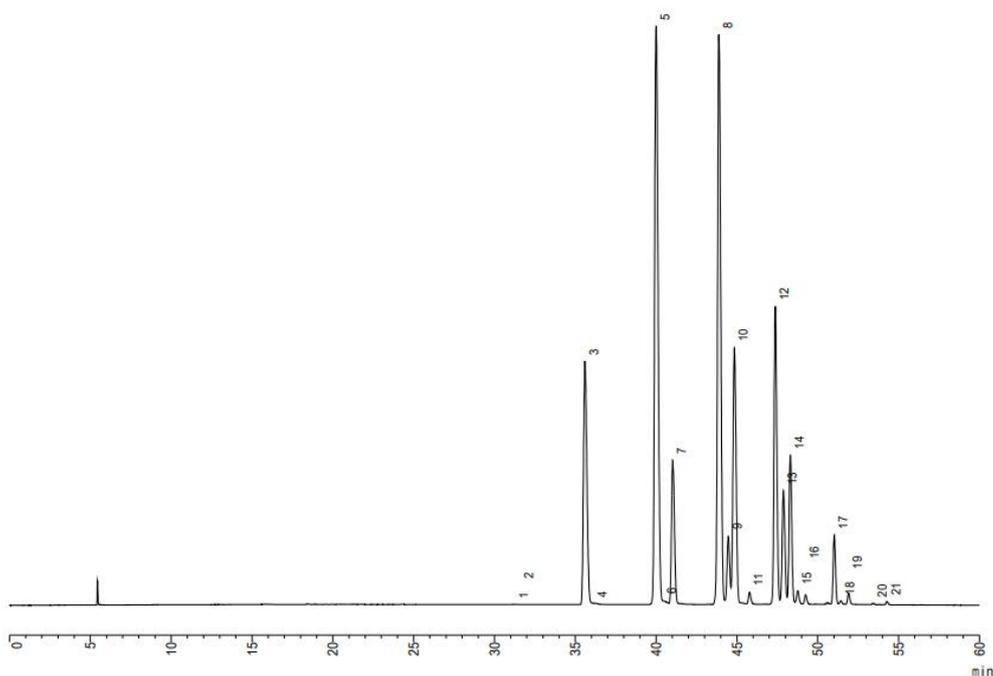


图 芝麻油甘油三酯组成参考色谱图

1. LLLn	4. OLLn	7. PLL	10. POL	13. SOL	16. PPO	19. SSL
2. OLnLn	5. OLL	8. OOL	11. PPL	14. POO	17. SOO	20. PPS
3. LLL	6. OOLn	9. SLL	12. OOO	15. PSL	18. PSO	21. SSO

1,2-二亚油酸-3-亚麻酸甘油酯 (LLLn)；1,2-二亚麻酸-3-油酸甘油酯 (OLnLn)；

三亚油酸甘油酯 (LLL)；1-油酸-2-亚油酸-3-亚麻酸甘油酯 (OLLn)；1,2-二亚油酸-3-油酸甘油酯 (OLL)；1,2-二油酸-3-亚麻酸甘油酯 (OOLn)；1,2-二亚油酸-3-棕榈酸甘油酯 (PLL)；1,2-二油酸-3-亚油酸甘油酯 (OOL)；1,2-二亚油酸-3-硬脂酸甘油酯 (SLL)；1-棕榈酸-2-油酸-3-亚油酸甘油酯 (POL)；1,2-二棕榈酸-3-亚油酸甘油酯 (PPL)；三油酸甘油酯 (OOO)；1-亚油酸-2-油酸-3-硬脂酸甘油酯 (SOL)；1,2-油酸-3-棕榈酸甘油酯 (POO)；1-棕榈酸-2-硬脂酸-3-亚油酸甘油酯 (PSL)；1,2-二棕榈酸-3-油酸甘油酯 (PPO)；1,2-二油酸-3-硬脂酸甘油酯 (SOO)；1-棕榈酸-2-硬脂酸-3-油酸甘油酯 (PSO)；1,2-二硬脂酸-3-亚油酸甘油酯 (SSL)；1,2-二棕榈酸-3-硬脂酸甘油酯 (PPS)；1,2-二硬脂酸-3-油酸甘油酯 (SSO)

备注：亚油酸 (L)，油酸 (O)，棕榈酸 (P)，硬脂酸 (S)，亚麻酸 (Ln)。

注：本品在-5~0℃凝固。

起草单位：湖北葛店人福药用辅料有限责任公司

联系电话：07113812302

复核单位：上海市食品药品检验研究院

联系电话：021-50798175

陕西省食品药品检验研究院

芝麻油药用辅料标准草案起草说明

一、名称与定义

收集到的样品名称有芝麻油、精制芝麻油、芝麻油（供注射用），该品种在口服和注射用制剂途径均有应用，依据《中国药典》药用辅料命名原则，命名为芝麻油。

二、性状

根据征集到样品的实际情况，参考 EP 的规定，将本品性状拟订为几乎无色至浅黄色的澄清液体。

溶解度、相对密度、折光率、酸值、过氧化值、碘值、皂化值等为常规质量标准控制项目，根据样品的实际情况，参考 ChP 一部、EP 和 USP 的相关规定制定限度。

脂肪酸凝点，可反映不同植物油中脂肪酸的差异，USP 和 JP 芝麻油各论中均收录了该项，采用 0713 通则方法，参考 USP 的限度制定该项。

三、鉴别

参考 ChP 一部、JP 的规定，采用化学鉴别反应。

四、检查

不皂化物、碱性杂质、水分为常规质量标准控制项目，根据收集样品的实际情况，参考 ChP 一部、EP 和 USP 的相关规定制定。

本品参考注射用脂肪乳通则中甲氧基苯胺值的限度，结合检测结果，制定限度为不得过 5.0。同时，供注射用途增加微生物限度与细菌内毒素指标。

甘油三酯组成，该项目参考 EP 芝麻油各论的 Composition of triglycerides 起草。EP 规定的色谱柱型号为 C18 柱，25cm*4mm*4.5 μ m，双柱串联，起草单位采用普通规格的 25cm*4.6mm，5 μ m ODS 柱串联，分离情况与 EP 规定色谱柱的分离情况和检测结果接近，因此标准中对两种规格的色谱柱型号均进行了收录。参考图谱已附标准正文后面。