

附件：蔗糖棕榈酸酯药用辅料标准草案公示稿

蔗糖棕榈酸酯

Zhetang Zonglvsuanzhi

Sucrose Palmitate

本品为蔗糖的棕榈酸酯混合物，由植物来源的棕榈酸甲酯和蔗糖反应制得。本品含单酯不得少于 55.0%，二酯不得过 40.0%，三酯及以上的多酯不得过 20.0%。

【性状】 本品为白色至浅黄色粉末。

酸值 取本品 3g，精密称定，置 250ml 锥形瓶中，加异丙醇-水（2:1）混合液[临用前加酚酞指示液 1.0ml，用氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）调至微显粉红色]50ml，微热使溶解，依法测定（通则 0713），酸值应不大于 6.0。

【鉴别】（1）取本品 0.5g，加正丁醇 20ml 与 5%氯化钠溶液 20ml 的混合液（预热至 40~60℃），振摇使溶解，静置，分去水层，正丁醇层再用 5%氯化钠溶液 40ml（预热至 40~60℃）分 2 次洗涤，取正丁醇层约 2ml，置试管中，倾斜试管，沿壁缓缓加蒽酮试液约 3ml 至形成层状，置 60℃水浴加热 3 分钟，在两液层接触面处出现蓝色至绿色。

（2）在脂肪酸组成项下记录的色谱图中，供试品溶液中棕榈酸甲酯峰与硬脂酸甲酯峰的保留时间应与对照品溶液中相应峰的保留时间一致。

【检查】 游离蔗糖 取本品适量，精密称定，加稀释液[四氢呋喃-水(87.5:12.5)]溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50mg 的溶液，作为供试品溶液。

取蔗糖对照品适量，精密称定，分别加稀释液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg、0.5mg、1.0mg、2.0mg 和 2.5mg 的溶液，作为对照品溶液。

照高效液相色谱法（通则 0512）试验，用氨基键合硅胶为填充剂；以 0.001%（g/ml）醋酸铵的乙腈溶液为流动相 A，以 0.001%（g/ml）醋酸铵的四氢呋喃-水（90:10）溶液为流动相 B；按下表进行线性梯度洗脱；用蒸发光散射检测器检测（低温分流模式参考条件：漂移管温度 45℃，载气流速为每分钟 3.0L；其他模式的检测器可根据实际情况设定）。

取浓度最低的对照品溶液 20 μ l 注入液相色谱仪，记录色谱图，蔗糖峰的信噪比应大于 10，各相邻峰的分离度应符合要求。

再精密量取对照品溶液与供试品溶液各 20 μ l，分别注入液相色谱仪，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线性回归方程，相关系数（r）应不小于 0.99。用线性回归方程计算供试品中游离蔗糖的含量，不得过 4.0%。

| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） | 流速（ml/min） |
|--------|----------|----------|------------|
| 0 | 100 | 0 | 1.0 |
| 1 | 100 | 0 | 1.0 |
| 9 | 0 | 100 | 1.0 |
| 16 | 0 | 100 | 1.0 |
| 16.01 | 0 | 100 | 2.5 |
| 38 | 0 | 100 | 2.5 |
| 39 | 100 | 0 | 2.5 |
| 42 | 100 | 0 | 1.0 |

水分 取本品 0.5g，照水分测定法（通则 0832 第一法 1）测定，含水分不得过 4.0%。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查（通则 0841），遗留残渣不得过 1.5%。

脂肪酸组成 取本品 0.1g，依法测定（通则 0713）；分别取月桂酸甲酯、肉豆蔻酸甲酯、棕榈酸甲酯与硬脂酸甲酯对照品适量，加正庚烷溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.1mg 的溶液，作为对照品溶液。

按面积归一化法计算，含月桂酸和肉豆蔻酸均不得过 3.0%，棕榈酸应为 70.0%~85.0%，硬脂酸应为 10.0%~25.0%，棕榈酸与硬脂酸总量不得少于 90.0%。

【含量测定】照分子排阻色谱法（通则 0514）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用苯乙烯-二乙烯基苯共聚物为填充剂（7.8mm \times 30cm，5 μ m 的两根色谱柱串联或效能相当的色谱柱）；以四氢呋喃为流动相；检测器为示差折光检测器。出峰顺序依次为三酯及以上的多酯、二酯与单酯，二酯峰与单酯峰之间的分离度不得小于 1.2，单酯峰与棕榈酸峰的分度应符合要求。

测定法 取本品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15mg 的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液。精密量取 20 μ l 注入液相色谱仪，记录色谱图，按下列公式分别计算单酯、二酯、三酯及以上的多酯含量。

$$\text{游离脂肪酸 (C)} = \frac{\text{酸值} \times 256}{561.1}$$

$$\text{单酯 (\%)} = \frac{X}{X + Y + Z} \times (100 - A - B - C)$$

$$\text{二酯}(\%) = \frac{Y}{X+Y+Z} \times (100 - A - B - C)$$

$$\text{三酯及以上的多酯}(\%) = \frac{Z}{X+Y+Z} \times (100 - A - B - C)$$

式中 A 为游离蔗糖项下测定结果，%；

B 为水分项下测定结果，%；

C 为游离脂肪酸计算结果，%；

X 为单酯峰面积；

Y 为二酯峰面积；

Z 为三酯及以上的多酯峰面积之和。

【类别】增溶剂、乳化剂和助悬剂等。

【贮藏】密封，在干燥处保存。

注：本品在四氢呋喃中溶解，在水中几乎不溶。

起草单位：浙江合糖科技有限公司

联系电话：0579-89172091

复核单位：浙江省食品药品检验研究院

蔗糖棕榈酸酯药用辅料标准草案起草说明

1. **外观** 根据收集到的样品的性状，参考 JPE、USP 和 EP 各论，性状为“本品为白色至浅黄色粉末”。

2. **酸值** 参照 USP、EP 修订方法和限度。

3. **鉴别(1)** 参照中国药典 2020 年版蔗糖硬脂酸酯中的鉴别（1）。

4. **鉴别(2)** 参照中国药典 2020 年版蔗糖硬脂酸酯中的鉴别（2）。

5. **检查-游离蔗糖** 参考 USP 和 EP 各论，并依照中国药典 2020 年版蔗糖硬脂酸酯中游离蔗糖方法进行操作。与 USP、EP 相比，限度不变。

6. **检查-水分** 参照 JPE、USP 和 EP 各论修订方法和限度。由于样品中水分的测定值较低，如果按照 USP 和 EP 采用 0.20g 的取样量，消耗费休氏试剂的体积不在中国药典规定的 1~5ml 范围内，故参照 JPE 将取样量调整至 0.5g。

7. **检查-炽灼残渣** 参考 JPE、USP 和 EP 各论，并依照中国药典 2020 年版四部通则 0841 “炽灼残渣检查法”进行操作。与 JPE、USP 和 EP 相比，限度不变。

8. 检查-脂肪酸组成 参考 USP 和 EP 各论，并依照中国药典 2020 年版四部通则 0713 “脂肪与脂肪油测定法” 进行操作。与 USP、EP 相比，限度不变。

9. 含量测定 参考 USP、EP 各论修订实验方法，计算方法与国外药典有差异，参照中国药典 2020 年版第一增补本蔗糖硬脂酸酯计算公式。为确保计算公式的正确性，规定：单酯峰与棕榈酸峰的分离度应符合要求。

10. 溶解度 JPE 所载溶解度描述为“极易溶解或易溶于热的正丁醇或氯仿中，在水、95%乙醇或二乙醚中从溶解到几乎不溶”，USP 和 EP 所载溶解度描述为“微溶于乙醇(96%)；极微溶于水”。参考 JPE、USP 和 EP 各论及样品实测情况，将溶解度制订为“在四氢呋喃中溶解；在水中几乎不溶”。