

附件:

聚山梨酯60

Jushanlizhi 60

Polysorbate 60

[9005-67-8]

本品系硬脂山梨坦和环氧乙烷聚合而成的聚氧乙烯20硬脂山梨坦。

【性状】 本品为乳白色至黄色的黏稠液体或冻膏状物，微有特臭。

本品在温水、乙醇、甲醇或乙酸乙酯中易溶，在液体石蜡中微溶。

相对密度 本品的相对密度（通则 0601）在25℃为1.06~1.09。

黏度 本品的运动黏度（通则0633 第一法），在30℃时（毛细管内径为2.0mm或适合的毛细管内径）为300~450mm²/s。

酸值 取本品约10g，精密称定，置250ml锥形瓶中，加中性乙醇（对酚酞指示液显中性）50ml使溶解，加热回流10分钟，放冷，加酚酞指示液5滴，用氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）滴定，酸值（通则0713）不得过2.0。

皂化值 本品的皂化值（通则 0713）为45~55。

羟值 本品的羟值（通则 0713）为81~96。

过氧化值 本品的过氧化值（通则 0713）不得过10。

【鉴别】（1）取本品的水溶液（1→20）5ml，加氢氧化钠试液5ml，煮沸数分钟，放冷，用稀盐酸酸化，显乳白色浑浊。

（2）取本品的水溶液（1→20）2ml，滴加溴试液0.5ml，溴试液不褪色。

（3）取本品6ml，加水4ml混匀，呈胶状物。

（4）取本品的水溶液（1→20）10ml，加硫氰酸钴铵溶液（取硫氰酸铵17.4g与硝酸钴2.8g，加水溶解成100ml）5ml，混匀，再加三氯甲烷5ml，振摇混合，静置后，三氯甲烷层显蓝色。

【检查】 酸碱度 取本品0.50g，加水10ml溶解后，依法测定（通则0631），pH值应为4.0~7.5。

颜色 取本品10ml，与同体积的对照液（取比色用重铬酸钾液8.0ml与比色用氯化钴液0.8ml，加水至10ml）比较，不得更深。

乙二醇、二甘醇和三甘醇 取本品约4g，精密称定，置100ml量瓶中，精密加入内标溶液（取1, 3-丁二醇适量，用无水乙醇稀释制成每1ml中约含4mg的溶液）1.0ml，加无水乙醇稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另取乙二醇、二甘醇和三甘醇对照品适量，精密称定，加无水乙醇稀释配制成每1ml含乙二醇、二甘醇、三甘醇各4mg的溶液，再精密量取该溶液1.0ml，置100ml量瓶中，精密加入内标溶液1.0ml，加无水乙醇稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。精密量取对照品溶液1.0ml，置10ml量瓶中，加无水乙醇稀释至刻度，摇匀，作为灵敏度溶液。照气相色谱法（通则0521）试验。以50%苯基-50%甲基聚硅氧烷为固定液（30m×0.53mm，1.0μm），起始温度为40℃，

以每分钟10℃的速率升温至60℃，维持5分钟，以每分钟5℃的速率升温至110℃，维持5分钟，再以每分钟15℃的速率升温至170℃，维持5分钟后，再以每分钟35℃的速率升温至280℃，维持30分钟(根据样品残留情况可调整时间)。进样口温度为270℃，氢火焰离子化检测器温度290℃。精密量取灵敏度溶液1μl，进样，调节检测灵敏度使乙二醇、二甘醇和三甘醇峰高的信噪比均大于10；另精密量取供试品溶液与对照品溶液各1μl，分别进样，记录色谱图。按内标法以峰面积计算，乙二醇、二甘醇和三甘醇均不得过0.01%。

环氧乙烷和二氧六环 取本品约1g，精密称定，置顶空瓶中，精密加水1.0ml，密封，摇匀，作为供试品溶液；精密量取环氧乙烷水溶液对照品适量，用水稀释制成每1ml中约含2μg的溶液，作为环氧乙烷对照品溶液。另取二氧六环对照品适量，精密称定，用水制成每1ml中约含20μg的溶液，作为二氧六环对照品溶液。取本品约1g，精密称定，置顶空瓶中，精密加环氧乙烷对照品溶液与二氧六环对照品溶液各0.5ml，密封，摇匀，作为对照溶液。精密量取环氧乙烷对照品溶液及二氧六环对照品溶液各0.5ml置顶空瓶中，加新配制的0.001%乙醛溶液0.1ml，密封，摇匀，作为系统适用性(灵敏度)溶液。照气相色谱法(通则0521)试验，以聚二甲基硅氧烷为固定液，起始温度为35℃，维持5分钟，以每分钟5℃的速率升温至180℃，然后以每分钟30℃的速率升温至230℃，维持5分钟(根据分离情况调整时间)。进样口温度为150℃，氢离子火焰检测器温度为250℃，顶空平衡温度为70℃，平衡时间45分钟。取系统适用性试验(灵敏度)溶液顶空进样，调节检测灵敏度使环氧乙烷和二氧六环峰高的信噪比均大于10，乙醛峰和环氧乙烷峰的分离度不小于2.0。分别取供试品溶液及对照溶液顶空进样，重复进样至少3次。环氧乙烷峰面积的相对标准偏差应不得过15%，二氧六环峰面积的相对标准偏差应不得过10%。按标准加入法计算，含环氧乙烷不得过0.0001%，含二氧六环不得过0.001%。

水分 取本品，照水分测定法(通则0832 第一法1)测定，含水分不得过3.0%。

炽灼残渣 取本品1.0g，依法检查(通则0841)，遗留残渣不得过0.25%。

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。

砷盐 取本品1.0g，置凯氏烧瓶中，加硫酸5ml，用小火消化使炭化，控制温度不超过120℃(必要时可添加硫酸，总量不超过10ml)，小心逐滴加入浓过氧化氢溶液，俟反应停止，继续加热，并滴加浓过氧化氢溶液至溶液无色，冷却，加水10ml，蒸发至浓烟发生使除尽过氧化氢，加盐酸5ml与水适量，依法检查(通则0822 第一法)，应符合规定(不得过0.0002%)。

脂肪酸组成 取本品约0.1g，精密称定，置50ml锥形瓶中，加2%氢氧化钠甲醇溶液2ml，在65℃水浴中加热回流30分钟，放冷，加14%三氟化硼甲醇溶液2ml，再在水浴中加热回流30分钟，放冷，加正庚烷4ml，继续在水浴中加热回流5分钟，放冷，加饱和氯化钠溶液10ml，振摇、静置使分层，取上层液，用水洗涤3次，每次4ml，上层液经无水硫酸钠干燥后，作为供试品溶液。照气相色谱法(通则0521)试验。以聚

乙二醇-20M为固定液的石英毛细管柱(30m×0.32mm, 0.50μm)为色谱柱, 起始温度为90℃, 以每分钟20℃的速率升温至160℃, 维持1分钟; 再以每分钟2℃的速率升温至220℃, 维持20分钟; 进样口温度为190℃; 检测器温度为250℃。分别称取硬脂酸甲酯和棕榈酸甲酯对照品适量, 加正庚烷溶解并制成每1ml中各约含1mg的溶液, 取1μl注入气相色谱仪, 记录色谱图, 理论板数按硬脂酸甲酯峰计算不低于10000, 硬脂酸甲酯峰和棕榈酸甲酯峰的分离度应符合要求。取供试品溶液1μl注入气相色谱仪, 记录色谱图。按面积归一化法计算, 含硬脂酸应为40.0%~60.0%, 硬脂酸和棕榈酸之和不得少于90.0%。

【类别】 药用辅料, 增溶剂和乳化剂等。

【贮藏】 遮光, 密封保存。

起草单位: 中国食品药品检定研究院药用辅料和包装材料检定所

联系电话: 010-67095721

复核单位: 中国药科大学