

国家药典委员会

药典通函〔2024〕170号

关于征求《国家药用辅料标准编写细则》 (2024年版)意见的函

各有关单位：

为进一步提升《中国药典》药用辅料标准的严谨性、规范性及可操作性，规范药用辅料标准编写体例及内容，我委组织对《国家药用辅料标准编写细则》（2020年版）进行了修订。

现就该细则（2024年征求意见稿）公开征求意见（见附件1），其中红色字体部分为基于2020年版细则的修订内容，《中国药典》2025年版将以新版细则为准进行编制。请于2024年4月15日前将本单位的反馈意见表（见附件2）以EXCEL格式发送联系邮箱。

联系电话：010-67079566

联系邮箱：szlimeifang@126.com

附件：1.《国家药用辅料标准编写细则》（2024年征求意见稿）

2. 反馈意见表



国家药用辅料标准编写细则

目 录

| | | |
|----|--------------------|----|
| 1 | | |
| 2 | | |
| 3 | | |
| 4 | 第一部分 名词术语..... | 6 |
| 5 | 第二部分 编排顺序..... | 6 |
| 6 | 第三部分 编写细则..... | 9 |
| 7 | 1. 名称..... | 9 |
| 8 | 2. 结构式..... | 9 |
| 9 | 3. 分子式..... | 10 |
| 10 | 4. 分子量..... | 10 |
| 11 | 5. CAS号..... | 11 |
| 12 | 6. 来源与制法及含量限度..... | 11 |
| 13 | 7. 性状..... | 12 |
| 14 | 7.1 外观等..... | 13 |
| 15 | 7.2 物理常数..... | 15 |
| 16 | 7.2.1 相对密度..... | 15 |
| 17 | 7.2.2 馏程..... | 16 |
| 18 | 7.2.3 熔点..... | 16 |
| 19 | 7.2.4 凝点..... | 17 |
| 20 | 7.2.5 比旋度或旋光度..... | 17 |
| 21 | 7.2.6 折光率..... | 18 |
| 22 | 7.2.7 黏度..... | 18 |
| 23 | 7.2.8 吸收系数..... | 19 |
| 24 | 7.2.9 酸值..... | 20 |
| 25 | 7.2.10 羟值..... | 21 |
| 26 | 7.2.11 碘值..... | 21 |
| 27 | 7.2.12 过氧化值..... | 22 |
| 28 | 7.2.13 皂化值..... | 22 |

| | | |
|----|--------------------------|----|
| 29 | 8. 鉴别..... | 23 |
| 30 | 8.1 呈色反应..... | 23 |
| 31 | 8.2 沉淀反应..... | 24 |
| 32 | 8.3 其他物理特性或化学反应..... | 24 |
| 33 | 8.4 色谱特征..... | 25 |
| 34 | 8.4.1 薄层色谱法..... | 25 |
| 35 | 8.4.2 高效液相色谱法..... | 28 |
| 36 | 8.4.3 气相色谱法..... | 28 |
| 37 | 8.4.4 电泳法..... | 29 |
| 38 | 8.5 紫外-可见吸收光谱特征..... | 30 |
| 39 | 8.6 红外吸收光谱特征..... | 31 |
| 40 | 8.7 X 射线衍射法..... | 32 |
| 41 | 8.8 离子反应..... | 33 |
| 42 | 8.9 其他..... | 34 |
| 43 | 9. 检查..... | 35 |
| 44 | 9.1 功能性相关指标检查..... | 35 |
| 45 | 9.1.1 粒度或粒度分布..... | 36 |
| 46 | 9.1.2 锥入度..... | 36 |
| 47 | 9.1.3 滴点..... | 36 |
| 48 | 9.1.4 沉降体积..... | 36 |
| 49 | 9.1.5 崩解时限..... | 37 |
| 50 | 9.1.6 松紧度..... | 37 |
| 51 | 9.1.7 脆碎度..... | 37 |
| 52 | 9.1.8 凝冻强度..... | 38 |
| 53 | 9.1.9 吸水力..... | 38 |
| 54 | 9.1.10 吸湿力..... | 39 |
| 55 | 9.2 酸度、碱度、酸碱度或 pH 值..... | 39 |
| 56 | 9.2.1 酸度..... | 39 |
| 57 | 9.2.2 碱度..... | 40 |
| 58 | 9.2.3 酸碱度..... | 40 |
| 59 | 9.2.4 pH 值..... | 41 |

| | | |
|----|-----------------------|----|
| 60 | 9.3 溶液的澄清度与颜色..... | 41 |
| 61 | 9.3.1 溶液的澄清度..... | 41 |
| 62 | 9.3.2 溶液的颜色..... | 42 |
| 63 | 9.3.3 溶液的澄清度与颜色..... | 42 |
| 64 | 9.4 无机阴离子..... | 43 |
| 65 | 9.4.1 氯化物..... | 43 |
| 66 | 9.4.2 硫酸盐..... | 44 |
| 67 | 9.4.3 二氧化硫..... | 44 |
| 68 | 9.4.4 硫代硫酸盐..... | 45 |
| 69 | 9.4.5 草酸盐..... | 45 |
| 70 | 9.4.6 碳酸盐..... | 46 |
| 71 | 9.4.7 氟化物..... | 47 |
| 72 | 9.4.8 磷酸盐..... | 47 |
| 73 | 9.4.9 枸橼酸盐..... | 48 |
| 74 | 9.4.10 硫化物..... | 48 |
| 75 | 9.4.11 亚硫酸盐..... | 49 |
| 76 | 9.4.12 酒石酸盐..... | 49 |
| 77 | 9.4.13 氰化物..... | 49 |
| 78 | 9.4.14 硝酸盐..... | 50 |
| 79 | 9.4.15 溴化物..... | 51 |
| 80 | 9.4.16 亚硝酸盐..... | 52 |
| 81 | 9.4.17 亚铁氰化物..... | 52 |
| 82 | 9.4.18 硅酸盐..... | 52 |
| 83 | 9.4.19 其他无机阴离子..... | 53 |
| 84 | 9.5 有机杂质与有关物质..... | 53 |
| 85 | 9.5.1 薄层色谱法..... | 54 |
| 86 | 9.5.2 高效液相色谱法..... | 56 |
| 87 | 9.5.3 气相色谱法..... | 58 |
| 88 | 9.5.4 紫外-可见分光光度法..... | 62 |
| 89 | 9.5.5 核磁共振法..... | 63 |
| 90 | 9.5.6 X 射线衍射法..... | 64 |

| | | |
|-----|--------------------------|----|
| 91 | 9.5.7 容量分析法..... | 64 |
| 92 | 9.5.8 比色法..... | 65 |
| 93 | 9.5.9 显色反应..... | 66 |
| 94 | 9.5.10 比浊法..... | 67 |
| 95 | 9.5.11 重量法..... | 67 |
| 96 | 9.5.12 易炭化物..... | 68 |
| 97 | 9.5.13 ××中溶解物..... | 68 |
| 98 | 9.5.14 不挥发物..... | 69 |
| 99 | 9.5.15 过氧化物..... | 69 |
| 100 | 9.5.16 不皂化物..... | 70 |
| 101 | 9.5.17 ××中不溶物..... | 70 |
| 102 | 9.5.18 外来物质..... | 71 |
| 103 | 9.5.19 还原性物质..... | 71 |
| 104 | 9.5.20 氧化性物质..... | 72 |
| 105 | 9.5.21 含氮量..... | 72 |
| 106 | 9.5.22 残留溶剂..... | 73 |
| 107 | 9.6 干燥失重..... | 73 |
| 108 | 9.7 水分..... | 74 |
| 109 | 9.8 炽灼残渣或灰分..... | 75 |
| 110 | 9.9 元素杂质..... | 76 |
| 111 | 9.9.1 钾或钠盐..... | 76 |
| 112 | 9.9.2 碱土金属盐..... | 77 |
| 113 | 9.9.3 铜、锌、镍、镉或铅盐..... | 78 |
| 114 | 9.9.4 锡、锑、铬、锰、铝、铁、汞..... | 80 |
| 115 | 9.9.5 硒或砷盐..... | 82 |
| 116 | 9.10 脂肪酸组成..... | 83 |
| 117 | 9.11 微生物限度或无菌..... | 84 |
| 118 | 9.11.1 微生物限度..... | 84 |
| 119 | 9.11.2 无菌..... | 85 |
| 120 | 9.12 细菌内毒素或热原..... | 85 |
| 121 | 10. 含量测定..... | 87 |

| | | |
|-----|----------------------------|-----|
| 122 | 10.1 容量分析法..... | 87 |
| 123 | 10.1.1 酸碱滴定法..... | 87 |
| 124 | 10.1.2 非水滴定法..... | 89 |
| 125 | 10.1.3 银量法..... | 90 |
| 126 | 10.1.4 络合滴定法..... | 91 |
| 127 | 10.1.5 碘量法..... | 92 |
| 128 | 10.1.6 溴量法..... | 93 |
| 129 | 10.1.7 氧化还原滴定法..... | 94 |
| 130 | 10.2 重量分析法..... | 94 |
| 131 | 10.3 光谱法..... | 95 |
| 132 | 10.3.1 紫外-可见分光光度法..... | 95 |
| 133 | 10.3.2 红外分光光度法..... | 96 |
| 134 | 10.3.3 原子吸收分光光度法..... | 97 |
| 135 | 10.3.4 旋光度测定法..... | 98 |
| 136 | 10.4 色谱法..... | 99 |
| 137 | 10.4.1 高效液相色谱法..... | 99 |
| 138 | 10.4.2 气相色谱法..... | 100 |
| 139 | 10.5 L 型二氧化碳测定仪法..... | 101 |
| 140 | 11. 类别 | 102 |
| 141 | 12. 贮藏 | 102 |
| 142 | 13. 标示 | 103 |
| 143 | 14. 附图、附表、附、注 | 104 |
| 144 | 附件..... | 106 |
| 145 | | |
| 146 | | |

国家药用辅料标准编写细则

147

148

149 本编写细则用于规范《中国药典》药用辅料标准的编写。

150

151 第一部分 名词术语

152 一、《中国药典》药用辅料品种正文中，“供试品”指原始状态的待
153 测样品，可以为固体、液体或气体。供试品经制备而得的供检测用的
154 样品，能形成溶液的称为“供试品溶液”，不能形成溶液的（如混悬
155 液、乳浊液等）称为“供试液”。

156 二、“对照品溶液”指用对照品配制的溶液；“对照溶液”指用供试
157 品配制的自身对照溶液；“对照液”一般指湿化学法检查项中配制的
158 对照溶液。

159 三、元素标准溶液统一采用“单元素标准溶液”的表述，例如“汞单
160 元素标准溶液”“铅单元素标准溶液”；采用单元素标准溶液（原液）
161 稀释配制的标准溶液，统一采用“标准+某元素+溶液”的表述，例如
162 “标准镍溶液”“标准镉溶液”。

163 四、标准中不采用“仲裁”的表述。

164

165 第二部分 编排顺序

166 一、名称、结构与限度

167 1 名称：中文名、汉语拼音、英文名

168 2 结构式、分子式、分子量、CAS 号

169 3 来源与制法

170 4 限度

171 二、性状

172 性状项下分别记述药用辅料的外观、物理常数（相对密度、馏程、熔
173 点、凝点、比旋度、折光率、黏度、吸收系数、酸值、羟值、碘值、
174 过氧化值、皂化值）等。

175 三、鉴别

176 1 呈色反应、沉淀反应、其它化学反应

177 2 色谱特征

178 3 紫外-可见吸收光谱特征

179 4 红外吸收光谱特征

180 5 离子反应

181 6 其它

182 四、检查

183 1 功能性相关指标：粒度或粒度分布、锥入度、崩解时限、脆碎度等

184 2 酸度、碱度、酸碱度或 pH 值

185 3 溶液的澄清度与颜色

186 4 无机阴离子（氯化物、硫酸盐、硫化物、磷酸盐与其它无机阴离子）

187 5 有机杂质与有关物质

188 6 干燥失重和水分

189 7 炽灼残渣或灰分

190 8 元素杂质

191 9 脂肪酸组成

192 10 生物安全性（无菌与微生物限度、热原或细菌内毒素、异常毒性
193 等）

194 五、含量测定

195 六、类别

- 196 七、贮藏
- 197 八、标示
- 198 九、附图、附表、附、注
- 199

2024年征求意见稿

200 第三部分 编写细则

201 1. 名称

202 包括中文通用名、汉语拼音和英文名。

203 中文通用名、英文名应符合《中国药用辅料通用名称命名原则》
204 的要求。

205 2. 结构式

206 有明确的结构式的，应列出结构式（例 1）。

207 聚合物结构表达是基于其重复单元的结构（相同基团序列），重
208 复单元的结构应写在方括号内，例如： $[X]_n$ ，字母 n 表示重复单元的
209 数量（例 2）。

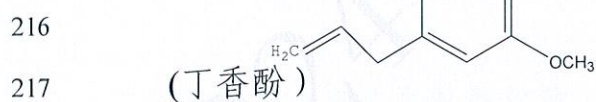
210 共聚物应列出单体的排列顺序及比例，例如： $[X]_n[Y]_m$ ，字母 n、
211 m 表示重复单元的数量（例 3）。

212 带有结晶水或结晶溶剂的结构式，用“，”隔开（例 4）。

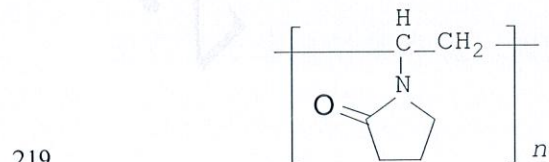
213 结构不明确的，可不列出结构式。

214 书写格式举例如下。

215 例 1



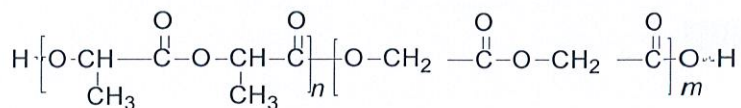
218 例 2



220 (交联聚维酮)

221

222 例 3



223

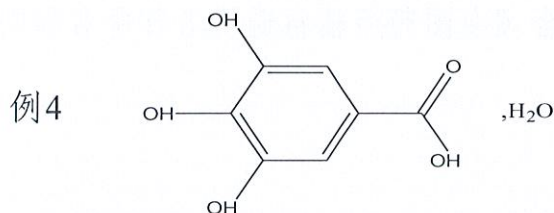
224

[丙交酯乙交酯共聚物(5050) (供注射用)]

225

226

227



228

229

230 **3. 分子式**

231

凡组成明确的单一化合物，应列出其分子式（例1）。

232

带有结晶水或结晶溶剂的分子式，用“·”隔开（例2）。

233

结构不明确的，可不列出分子式。

234

书写格式举例如下。

235

例1 $\text{C}_6\text{H}_{15}\text{NO}_3$

236

(三乙醇胺)

237

例2 $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

238

(氯化钙)

239 **4. 分子量**

240

分子量按最新国际原子量表计算，最终数值书写至小数点后第二

241

位（例1）。

242

当该物质为大分子化合物或聚合物时，应尽量给出分子量范围

243

（例2）。

244

书写格式举例如下。

245

例1 $\text{C}_2\text{H}_6\text{OS}$ 78.13

246

(二甲基亚砷)

247

例2 本品为a-氢-ω-羟基聚(氧乙烯)_a-聚(氧丙烯)_b-聚(氧乙

248 烯)_a嵌段共聚物。由环氧丙烷和丙二醇反应，形成聚氧丙烯二醇，然
249 后加入环氧乙烷形成嵌段共聚物。在共聚物中氧乙烯单元(a)为75~
250 85，氧丙烯单元(b)为25~30，氧乙烯(EO)含量79.9%~83.7%，
251 平均分子量为7680~9510。

252 (泊洛沙姆188)

253 5. CAS 号

254 即美国化学文摘(CA)索引号，可从CA上检索相关化合物的
255 合成路线、制备方法、毒理、药理、药效等相关的文献及数据，以便
256 确认某化合物的理化性质及相关的功效。

257 凡有明确的CAS号的，应列出CAS号(例1)。如同时有两个
258 CAS号，则同时附上(例2)。

259 书写格式举例如下。

260 例1 [1310-73-2]。

261 (氢氧化钠)

262 例2 [24634-61-5]、[590-00-1]。

263 (山梨酸钾)

264 6. 来源与制法及含量限度

265 来源与制法、含量限度可用于说明该标准适用的产品范围，应结
266 合实际收集到的样品情况撰写。

267 来源与制法：“本品系……”、“本品为……”。从动、植物提取得
268 到的，应注明来源、种属、采集部位等(例1、2)。微生物发酵的
269 提取物，应注明菌种来源等(例3)

270 含量限度：“本品含……不得少于……”、“按无水物或干燥品或
271 炽灼品或无水及无…溶剂计算，含……应为……。”(例4、5)；也
272 可仅描述含量限度(例6)。

273 书写格式举例如下。

274 例1 本品为桃金娘科植物丁香 *Eugenia caryophyllata* Thunb. 的
275 茎、叶经水蒸气蒸馏提取的挥发油。含 β -丁香烯($C_{15}H_{24}$)应为5.0%~
276 14.0%，含丁香酚($C_{10}H_{12}O_2$)应为80.0%~92.0%。

277 (丁香茎叶油)

278 例2 本品为动物的皮、骨、腱与韧带中胶原蛋白不完全酸水解、
279 碱水解或酶降解后纯化得到的制品，或为上述三种不同明胶制品的混
280 合物。

281 (胶囊用明胶)

282 例3 本品系淀粉经甘兰黑腐病黄单胞菌 *Xanthomonas campestris*
283 发酵后生成的多糖类高分子聚合物经处理精制而得。

284 (黄原胶)

285 例4 本品系将四氯化硅在氢气与氧气火焰中反应而制得。按炽灼
286 品计算，含 SiO_2 应为99.0%~100.5%。

287 (胶态二氧化硅)

288 例5 本品为2, 2', 2''-氮川三乙醇，由环氧乙烷氨解并经分离纯
289 化制得。按无水物计算，含**总碱以 $C_6H_{15}NO_3$ 计**应为99.0%~103.0%。

290 (三乙醇胺)

291 例6 本品含 Na_2SO_3 应为97.0%~100.5%。

292 (无水亚硫酸钠)

293 7. 性状

294 性状项下分别记述药用辅料的外观、物理常数等。

295 引湿、潮解、腐蚀、风化、易吸收二氧化碳、遇热易发酸变质、
296 遇光和热颜色易变深、**原性状项下的溶解度**等特性描述可在标准正文
297 后以“注”的形式予以提示。

298 7.1 外观

299 作为一个自然段按次序描述，中间用分号“；”隔开。一般为色、
300 形。

301 形的描述如液体、粉末、结晶或颗粒等。性状中可采用“粉末”
302 进行描述，一般不采用“细粉”，因凡例中对细粉有具体过筛要求。

303 因味、臭不便于实验验证，一般不列入性状项下，有特殊气味的，
304 可在注中描述。

305 考虑到一般不对药用辅料直接规定可见异物要求，故药用辅料性
306 状中不采用“澄明”的描述。如果检查项列入用本品直接检测的“澄
307 清度”，性状中可采用“澄清”的描述（见例 1）；如果检查项没有
308 列入用本品直接检测的“澄清度”，性状中不采用“澄清”的描述，
309 必要时可采用“透明”的描述（见例 2-6）。参考通则 8001 试药，必
310 要时可采用“透明”的描述（见例 7）。

311 书写格式举例如下。

312 例 1 本品为无色至微黄色澄清液体。（有溶液的澄清度与颜色
313 检查项）

314 （乙二胺）

315 例 2 本品为白色粉末、颗粒、片状或块状物；熔化后为透明的油
316 状液体。（有乙醇溶液的澄清度与颜色的检查项）

317 （十六醇、十八醇、十六十八醇）

318 例 3 本品为无色至微黄色的透明油状液体。（有澄清度与颜色
319 检查项）

320 （辛酸）

321 例 4 本品为无色透明的黏稠液体。

322 （月桂氮草酮）

323 例 5 本品为无色透明的油状液体。

324 (环甲基硅酮、轻质液状石蜡)

325 例 6 本品为白色至淡黄色的块状物或粉末，加热熔融后呈透明、
326 淡黄色液体。

327 (氢化大豆油)

328 例 7 本品为无色透明液体。

329 (醋酸、冰醋酸)

330 7.1.1 对于色的描述，一般直接描述药用辅料颜色(例1)。

331 为避免引起过渡颜色缺失而导致结果误判，如果两个色阶相邻可
332 用“或”来描述，如“白色或类白色”(例2)。

333 如果色阶之间相隔两个或以上，应采用“至”来描述，如“白色至微
334 黄色”(例3)，避免用“白色或微黄色”，尽量避免用特殊的形容词如
335 琥珀等来描述。

336 有色药用辅料应根据其应有的色泽加以叙述，如有其他外观特性，
337 也可写在色泽之后(例4)。

338 书写格式举例如下。

339 例1 本品为白色疏松的粉末。

340 (胶态二氧化硅)

341 例2 本品为白色或类白色半透明扁平而弯曲的带状薄片；表面具
342 平行细条纹；质硬平坦光滑；或为白色或类白色粉末；遇水溶胀成胶
343 体黏液。

344 (西黄蓍胶)

345 例3 本品为白色至微黄色均匀的软膏状物半固体。

346 (白凡士林)

347 例4 本品为白色、类白色或淡黄色粉末或颗粒；或为半透明的长

348 条状物或片状物。

349 (预胶化羟丙基淀粉)

350 7.1.2 如药用辅料的晶型、细度、**粒度**或制成溶液后的颜色,对质量
351 有较大影响而需作严格控制时,应在“检查”项下另作具体规定。

352 7.2 物理常数

353 排列于“性状”项的**外观描述**之后,并用黑体字列出小标题。由于
354 物理常数的测定结果,不仅对该药用辅料具有鉴别意义,也反映该药
355 用辅料的纯度,因而数值范围的规定必须明确并切合实际,不要用
356 “约”字。

357 7.2.1 相对密度

358 一般用于液体药用辅料,其数值范围应书写至小数点后第3位。
359 如测定方法已收载于《中国药典》四部(通则 0601)中,必须引用
360 (例1)。通则收载三种测定方法,除在标准中注明外,**一般**系指第
361 1法,**液体药品的相对密度也可采用振荡型密度计法测定。**

362 当未采用通则第1法,或测定温度不同于《中国药典》四部通则
363 所规定的20℃时(例2、例3),应加以注明。

364 书写格式举例如下。

365 例1 相对密度 本品的相对密度(通则 0601)为 0.898~0.902。

366 (乙酸乙酯)

367 例2 相对密度 本品的相对密度(通则0601韦氏比重秤法)**在25℃**
368 **时为1.060~1.068。**

369 (丁香酚)

370 例3 相对密度 本品的相对密度(通则0601)在25℃时应符合附
371 表的规定。

372 (二甲硅油)

373 7.2.2 馏程

374 某些液体药用辅料具有一定的馏程，测定馏程可以区别或检查药
375 用辅料的纯度，均需规定范围；另有要求时应在标准中规定。数值的
376 精度一般为 1°C ，也可书写至 0.5°C （例1、2、3）。

377 书写格式举例如下。

378 例1 馏程 取本品，照馏程测定法（通则0611）测定，在 $252\sim$
379 255°C 馏出的量不得少于 90.0% （ml/ml）。

380 （丁香酚）

381 例2 馏程 本品的馏程（通则0611）为 $116\sim 119^{\circ}\text{C}$ ，沸距不大于
382 1.5°C 。

383 （正丁醇）

384 例3 馏程 本品的馏程（通则0611）为 $138.5\sim 142.5^{\circ}\text{C}$ 。

385 （丙酸）

386 7.2.3 熔点

387 在《中国药典》四部通则中收载有三种测定方法，其中最常用的
388 为测定易粉碎固体的“第一法”，因此除在标准中注明必须采用“第
389 二法”或“第三法”的个别品种外，均系指用“第一法”。

390 由于方法中采用传温液，因而收载的熔点宜在 200°C 以下。熔点
391 在 200°C 以上的，可视需要而定。

392 熔点数值的精度一般为 1°C ，也可书写至 0.5°C 。

393 限度范围要包括该品种的初熔温度和全熔温度，一般为 $2\sim 4^{\circ}\text{C}$ ，
394 个别品种可放宽至 6°C ，再宽则失去对控制药用辅料纯度的意义，除
395 非是另加“熔距”的限制。

396 标准中一般不用“约 $\times^{\circ}\text{C}$ ”。

397 被测物应是在熔点以下遇热时晶型不转化，其初熔点和终熔点易

398 于判断的品种；对熔融分解且不易明确判断的品种，可不订“熔点”。
399 另有要求的品种，均应在标准中标明。

400 书写格式举例如下。

401 例 熔点 本品的熔点（通则0612）为57~60℃。

402 （十八醇）

403 7.2.4 凝点

404 凝点系指一种物质由液体凝结为固体时，在短时间内停留不变的
405 最高温度，测定凝点可以区别或检查药用辅料的纯杂程度。凝点数值
406 的精度一般为1℃，也可书写至0.5℃。

407 书写格式举例如下。

408 例 凝点 本品的凝点（通则0613）为69~70℃。

409 （二丁基羟基甲苯）

410 7.2.5 比旋度或旋光度

411 平面偏振光通过含有某些光学活性化合物的液体或溶液时，能引
412 起旋光现象，使偏振光的平面向左或向右旋转。旋转的度数，称为旋
413 光度（例1）。

414 比旋度（或旋光度）是反映手性化合物特性及其纯度的主要指标
415 之一，测定比旋度（或旋光度）可以区别或检查某些药用辅料的纯杂
416 程度。凡具有光学异构体的药用辅料，在其性状项下的物理常数中，
417 应尽可能对其比旋度作出明确规定。由于在《中国药典》四部通则中
418 “旋光度测定法”的计算公式下已说明“按干燥品或无水物计算”，因此
419 正文中除个别特殊品种外，一般可不再写“按干燥品或无水物计算”，
420 但必须写明供试品溶液的浓度及其所用的溶剂，供试品溶液的浓度一
421 般用“定量稀释制成每1ml中含0.××g或××mg的溶液”表示（例2）。

422 测定温度不在20℃时，要注明温度（例3）。

423 书写格式举例如下。

424 例 1 旋光度 取本品，依法测定（通则 0621），旋光度应为+54°
425 至+58°。

426 （单糖浆）

427 例2 比旋度 取本品，精密称定，加15mol/L甲酸溶液溶解并定量
428 稀释制成每1ml中约含40mg的溶液，立即依法测定（通则0621），比
429 旋度为+14.5°至+16.5°。

430 （阿司帕坦）

431 例3 比旋度 取本品，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1 ml
432 中约含0.10g的溶液，在 25℃时，依法测定（通则0621），比旋度为
433 -16.0°至-17.0°。

434 （葡甲胺）

435 7.2.6 折光率

436 测定折光率可以区别不同的油类、检查某些液体药用辅料的纯度
437 或测定溶液的浓度，且其测定方法简便。

438 折光率受温度的影响较大，《中国药典》四部通则中明确规定在
439 20℃时进行测定。

440 如对测定温度另有要求时，应在标准中注明（例 1）。

441 限度范围数值的精度应书写至小数点后第三位（例 2）。

442 书写格式举例如下。

443 例1 折光率 本品的折光率(通则0622)在40℃时为1.456~1.458。

444 （可可脂）

445 例 2 折光率 本品的折光率（通则 0622）为 1.478~1.480。

446 （二甲基亚砷）

447 7.2.7 黏度

448 黏度系指流体对流动的阻抗能力，以动力黏度、运动黏度或特性
449 黏数表示，测定供试品的黏度可以区别或检查其纯度。在《中国药典》
450 四部通则“黏度测定法”中并列有三种方法：第一法平氏毛细管黏度计
451 测定法用于测定牛顿流体（包括纯液体、低分子物质溶液、高聚物的
452 稀薄溶液、低黏度液体等）的运动黏度；第二法乌氏毛细管黏度计测
453 定法用于测定特性黏数，以间接控制分子量；第三法旋转黏度计测定
454 法用于测定非牛顿流体（包括混悬液、高聚物溶液、乳剂和表面活性
455 剂的溶液等）的动力黏度。

456 根据需要，黏度可以分别作为性状项下的物理常数、检查项列入
457 标准，亦可作为药用辅料功能性相关指标在标示项下规定。

458 书写格式中应指定“通则××第×法”，及测定时的温度及其限度；
459 引用第一法或第二法时，还应注明毛细管的内径（例 1）；引用第三
460 法时，还应注明仪器型号、转子号数、转速以及除通则规定外的测定
461 温度（例 2）。

462 书写格式举例如下。

463 例 1 黏度 本品的运动黏度（通则 0633 第一法，毛细管内径
464 1.2mm±0.05mm），在 25℃ 时为 32~34mm²/s。

465 （月桂氮 酮）

466 例 2 黏度 取本品，采用 Brookfield DV-S 型旋转黏度计，2 号转
467 子，每分钟 20 转，调节温度为 25℃ ± 0.1℃，测定动力黏度（通则
468 0633 第三法）。黏度值应为 400~1500mPa·s。

469 [乙基纤维素水分散体（B 型）]

470 7.2.8 吸收系数

471 物质对光的选择性吸收波长，以及其在最大吸收波长处的吸收系
472 数，是该物质的物理常数之一。吸收系数用符号“ $E_{1cm}^{1\%}$ ”表示，即换算

473 成溶液浓度为 1% (g/ml)、光路长度为 1cm 时的吸光度。

474 方法中所用的溶剂,除应满足该物质光学特性的需要外,还要考
475 虑“易得、价廉、低毒”的原则。

476 供试品溶液的浓度应使吸光度介于 0.3~0.7 之间;操作中的特殊
477 之处,应予注明。

478 由于在《中国药典》四部通则“光谱法”中已明确交待浓度(c)
479 系按干燥品或无水物计算,因此在文字叙述中一般不再加“按干燥品
480 或无水物计算”。

481 书写格式举例如下。

482 例 吸收系数 取本品,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每
483 1ml 中约含 50 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 278nm
484 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为 80.0~90.0。

485 (二丁基羟基甲苯)

486 7.2.9 酸值

487 酸值是脂肪、脂肪油和其他类似物质(如卵磷脂、聚山梨酯)特
488 有的物理常数,是指测定上述脂类物质中游离脂肪酸的量。以中和
489 1g 脂肪、脂肪油及其他类似物中含有的游离脂肪酸所需的氢氧化钾
490 的重量(mg)表示。可用于检查上述此类药用辅料的纯度。

491 《中国药典》四部通则已收载了该测定方法,并根据不同品种规
492 定测定值的范围(例 1、2)。

493 书写格式举例如下。

494 例 1 酸值 本品的酸值(通则 0713)应不大于 1.0。

495 (十六醇)

496 例 2 酸值 取本品约 5g,精密称定,置 250ml 锥形瓶中,加二甲
497 苯 100ml,加热至完全溶解,加乙醇 50ml 和溴麝香草酚蓝指示液

498 2.5ml, 加热使澄清后, 趁热用乙醇制氢氧化钾滴定液 (0.1mol/L) 滴
499 至溶液显绿色, 并将滴定结果用空白试验校正。酸值 (通则 0713)
500 应为 2~7。

501 (巴西棕榈蜡)

502 7.2.10 羟值

503 羟值是脂肪、脂肪油和其他类似物质 (如卵磷脂、聚山梨酯) 特
504 有的物理常数, 是指油脂类物质中未被酯化的羟基, 以每 1g 脂类物质
505 中所含的羟基按《中国药典》四部通则规定的方法酰化后所需氢氧化
506 钾的重量 (mg) 表示。可用于检查上述此类药用辅料的纯度。

507 《中国药典》四部通则已记载了该测定方法, 并根据不同品种规
508 定测定值的范围。

509 书写格式举例如下。

510 例 羟值 本品的羟值 (通则 0713) 应为 45~65。

511 (油酰聚氧乙烯甘油酯)

512 7.2.11 碘值

513 碘值是脂肪、脂肪油和其他类似物质 (如卵磷脂、聚山梨酯) 特
514 有的物理常数, 是指测定脂类物质中脂肪酸的不饱和度, 组成的脂肪
515 酸不饱和度愈高, 碘值愈大。以每 100g 脂类物质充分卤化时所需的碘
516 量 (g) 表示。可用于检查上述此类药用辅料的纯度。

517 《中国药典》四部通则已记载了该测定方法, 并根据不同品种规
518 定测定值的范围 (例 1、2)。

519 书写格式举例如下。

520 例 1 碘值 本品的碘值 (通则 0713) 应为 126~140。

521 (大豆油)

522 例 2 碘值 本品的碘值 (通则 0713) 应不小于 60。

523 (油酸钠)

524 7.2.12 过氧化值

525 过氧化值系指每 1000g 供试品中含有的其氧化能力与一定量的
526 氧相当的过氧化物量。

527 《中国药典》四部通则已记载了该测定方法,并根据不同品种规
528 定测定值的范围。

529 书写格式举例如下。

530 例 过氧化值 本品的过氧化值(通则 0713)应不大于 6。

531 (山嵛酸甘油酯)

532 7.2.13 皂化值

533 皂化值是脂肪、脂肪油和其他类似物质(如卵磷脂、聚山梨酯)
534 特有的物理常数,是指中和并皂化脂肪、脂肪油或其他类似物质 1g
535 中所含有的游离酸类和酯类所需氢氧化钾的重量(mg),可用于检
536 查上述此类药用辅料的纯度。

537 《中国药典》四部通则已记载了该测定方法,并根据不同品种规
538 定测定值的范围(例 1、2)。

539 书写格式举例如下。

540 例1 皂化值 本品的皂化值(通则0713)应为145~165。

541 (山嵛酸甘油酯)

542 例2 皂化值 取本品约3g,精密称定,置500ml锥形瓶中,加异丙
543 醇-甲苯(5:4)混合液50ml,精密加0.5mol/L氢氧化钾乙醇溶液15ml,
544 加热回流3小时,加酚酞指示液1ml,趁热用盐酸滴定液(0.5mol/L)
545 滴定,至溶液粉红色刚好褪去,加热至沸,如溶液又出现粉红色,再
546 滴定至粉红色刚好褪去,并将滴定的结果用空白试验校正。皂化值(通
547 则0713)应为78~95。

548 (巴西棕榈蜡)

549 8. 鉴别

550 鉴别试验是指用理化或其他方法来反映已知药用辅料的某些物
551 理、化学性质或其他特征，不完全代表对该辅料化学结构的确证，亦
552 不是对未知物进行定性分析，因此只要求专属性强，灵敏度高，操作
553 简便、快速等。基于绿色环保的理念，适当减少湿化学法鉴别项。

554 常用方法有化学鉴别反应，如呈色、沉淀、常见盐基或酸根的一
555 般鉴别试验等；色谱法，如薄层色谱法、高效液相色谱法、气相色谱
556 法和电泳法等；光谱法，如紫外-可见分光光度法、红外分光光度法、
557 X 射线衍射法；此外还有显微鉴别等。

558 由于性状项下的物理常数也常能协助鉴别其真伪，所以鉴别项下
559 选用的条目不宜太多，一般用 2~4 条，能证明其真实性即可，并按
560 “第二部分 编排顺序”中的“三、鉴别”次序排列。

561 8.1 呈色反应

562 呈色反应因其操作简便，在鉴别试验中较为常用，但要选用反应
563 明显、专属性较强方法，并对方法的取用量、操作、注意事项和应观
564 察到的现象进行明确的叙述（例 1）。

565 若存在颜色干扰，应增加空白对照（例 2）。

566 若前处理相同，后续进行多项呈色反应鉴别，可在前处理后分别
567 列出（例 3）。

568 若为同类辅料的共同反应，则应尽量增加一个能在同类辅料中相
569 互区别的反应。

570 书写格式举例如下。

571 例 1 取本品 0.5g，置试管中，小火加热直至出现白烟。将试管
572 倒置在另一含有 0.1% 变色酸钠硫酸溶液 1ml 的试管上，使白烟接触

573 到溶液。振摇第二支试管 10 秒，水浴加热 5 分钟，溶液显紫色。

574 （二甲硅油）

575 例2 取本品约10mg，加水5ml，加新制的1%1,3-二羟基萘乙醇溶
576 液1ml与盐酸5ml，摇匀，煮沸3分钟，放冷，加异丙醚15ml，振摇，
577 放置数分钟，分取醚层，同时做空白对照，醚层显深紫色，并且样品
578 的颜色深于空白对照的颜色。

579 （海藻酸）

580 例3 取本品约0.5g，加无水硫酸钠5g与水10ml，混匀，加硫酸
581 10ml，加热煮沸至澄清，冷却，缓缓加硫酸溶液（25→100）30ml，
582 用水稀释至100ml，摇匀，照下述方法试验。

583 （1）取溶液5ml，加过氧化氢试液数滴，即显橙红色。

584 （2）取溶液5ml，加锌粒数颗，放置45分钟后，溶液显紫蓝色。

585 （二氧化钛）

586 8.2 沉淀反应

587 书写格式举例如下。

588 例 取本品 1ml，加水 5ml 与氢氧化钠试液 1ml 后，缓缓滴加碘
589 试液 2ml，即发生碘仿的臭气，并生成黄色沉淀。

590 （乙醇）

591 8.3 其他物理特性或化学反应

592 除上述呈色、沉淀反应外，还可采用其他物理特性或化学反应，
593 如泡沫反应（例 1），燃烧反应（例 2），产生的气体能使试纸变色
594 （例 3），以及其他可用于鉴别的反应（例 4）。

595 尽可能避免采用利用化学反应生成具有特臭的挥发性产物，依靠
596 嗅觉来进行的鉴别，尤其是对生成有毒的挥发性物质，更不应采用。

597 书写格式举例如下。

598 例1 取本品约5g，加水500ml，搅拌，应形成分散液并出现泡沫
599 层，室温静置1小时，泡沫层不消失。

600 (卡波姆共聚物)

601 例2 本品燃烧时产生黄色火焰和醋酸味。

602 (乙酸乙酯)

603 例3 取本品约0.3g，置试管中，加钠石灰少许，加热产生的气体
604 能使湿润的红色石蕊试纸变蓝色。

605 (明胶空心胶囊)

606 例4 取本品少量，另用玻璃棒蘸取盐酸，持近本品的液面，即产
607 生白色的浓烟。

608 (浓氨溶液)

609 8.4 色谱特征

610 色谱法系采用与对照品或经确证的已知化合物在相同条件下进
611 行色谱分离并进行比较，要求其保留行为和检测结果都相互一致来鉴
612 别药用辅料的方法。

613 常用于鉴别试验的色谱法有薄层色谱法、高效液相色谱法、气相
614 色谱法和电泳法。选用色谱法进行鉴别试验时，**应进行必要的系统适
615 用性试验。**

616 8.4.1 薄层色谱法

617 薄层色谱鉴别一般要求在给定条件下供试品溶液所显斑点的位置
618 与颜色应与对照品溶液相同(例1)，或供试品溶液特定位置有特
619 征斑点(例2)，或供试品溶液特定位置有特征斑点，且不得显与某
620 对照品溶液相同的斑点(例3)，或对比移值或斑点个数有特定要求
621 (例4、5)。

622 书写格式举例如下。

623 例 1 取本品和月桂酰聚氧乙烯(12)甘油酯对照品各适量,分
624 别加二氯甲烷制成每 1ml 中含 50mg 的溶液,作为供试品溶液和对照
625 品溶液。

626 照薄层色谱法(通则 0502)试验,取上述两种溶液各 10 μ l,点
627 于同一硅胶 G 薄层板,以乙醚-正己烷(7:3)为展开剂,展开,取出,
628 晾干,置碘蒸气中显色至斑点清晰。

629 供试品与对照品溶液均至少应显 5 个完全分离的清晰斑点,供试
630 品溶液所显斑点的位置与颜色应与对照品溶液中各主斑点相同。

631 [月桂酰聚氧乙烯(12)甘油酯]

632 例 2 取本品约 0.1g,加三氯甲烷 5ml,加热溶解,作为供试品溶
633 液(趁热点样)。

634 另取薄荷醇、麝香草酚各约 10mg 与乙酸薄荷酯 10 μ l,置同一
635 20ml 量瓶中,加甲苯稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。

636 照薄层色谱法(通则 0502)试验,吸取供试品溶液 6 μ l 与对照
637 品溶液 2 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以乙酸乙酯-三氯甲烷
638 (2:98)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以新制的 20%磷钼酸乙
639 醇溶液,在 105 $^{\circ}$ C 加热 10~15 分钟至斑点清晰,立即检视。

640 对照品溶液显示的斑点由低至高依次为深蓝色的薄荷醇、红色的
641 麝香草酚和深蓝色的乙酸薄荷酯。供试品溶液应在薄荷醇与麝香草酚
642 相应的位置之间显示一个大的斑点(三十烷烃),其下方可见多个微
643 小斑点,在麝香草酚与乙酸薄荷酯相应的位置之间显示多个蓝色斑
644 点,在上述斑点之上还应显示其他斑点,比移值(R_f)最大的斑点应
645 清晰,原点应显蓝色。

646 (巴西棕榈蜡)

647 例 3 取本品约 0.1g,置离心管中,加三氟醋酸溶液(6.7 \rightarrow 100)

648 2ml, 强力振摇使形成凝胶状, 密塞, 置 120℃烘箱中放置 1 小时,
649 离心, 取上清液转移至 50ml 圆底烧瓶中, 加水 10ml, 60℃旋转减压
650 蒸干; 残渣加 90%甲醇溶液 1ml 使溶解, 滤过, 取续滤液作为供试品
651 溶液。

652 另取阿拉伯糖、鼠李糖、木糖、半乳糖各 10mg, 加 90%甲醇溶
653 液 5ml 使溶解, 摇匀, 作为对照品溶液。

654 照薄层色谱法(通则 0502) 试验, 吸取供试品溶液和对照品溶
655 液各 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以 1.6%磷酸二氢钠溶液-
656 丁醇-丙酮(10:40:50) 为展开剂, 二次展开, 第一次展开距离约 10cm,
657 第二次展开距离约 15cm, 取出, 晾干, 喷以茴香醛溶液(取茴香醛
658 0.5ml、冰醋酸 10ml、甲醇 85ml 与硫酸 5ml 混合, 即得), 110℃加
659 热至斑点显示清晰, 立即检视。

660 供试品溶液在与对照品溶液中半乳糖、阿拉伯糖、木糖相应位置
661 上显相同颜色的斑点; 在鼠李糖相应的位置上不得显相同颜色的斑
662 点。

663 (西黄蓍胶)

664 例 4 取本品适量, 加二氯甲烷制成每 1ml 中含 50mg 的溶液, 作
665 为供试品溶液。

666 照薄层色谱法(通则 0502) 试验, 取上述溶液 10 μ l, 点于硅胶 G
667 薄层板上, 以乙醚-正己烷(7:3) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置
668 碘蒸气中显色至斑点清晰。

669 供试品溶液至少应显 5 个完全分离的清晰斑点, 甘油三酯斑点的
670 比移值(R_f) 约为 0.9, 1, 3-甘油二酯、1, 2-甘油二酯、甘油单酯、
671 聚乙二醇酯化物与甘油三酯斑点的相对比移值(R'_f) 分别为 0.7、0.6、
672 0.1、0。

673 (油酰聚氧乙烯甘油酯)

674 例 5 取本品约 1.0g, 加二氯甲烷 10ml 使溶解, 作为供试品溶液。

675 照薄层色谱法 (通则 0502) 试验, 吸取供试品溶液 2 μ l, 点于硅
676 胶 G 薄层板上, 以乙醚-二氯甲烷 (10:90) 为展开剂, 展开, 展开距
677 离应大于 12cm, 晾干, 置碘蒸汽中显色后, 立即检视, 应显示甘油
678 三酯斑点 (RF 值约为 0.7, Rst 1), 可能显示 1,3-甘油二酯 (Rst 0.6)、
679 1,2-甘油二酯 (Rst 0.4) 和甘油一酯 (Rst 0.07)。如果样品羟值较低,
680 甘油一酯或甘油二酯的斑点可以很浅或缺失。

681 [混合脂肪酸甘油酯 (硬脂)]

682 8.4.2 高效液相色谱法

683 高效液相色谱用于鉴别一般可在检查或含量测定采用高效液相
684 色谱法时附带引用, 如单独放在鉴别项下, 需将试验条件描述清楚。

685 书写格式举例如下。

686 例 在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时
687 间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

688 (二丁基羟基甲苯)

689 8.4.3 气相色谱法

690 单独放在鉴别项下的, 需将试验条件描述清楚 (例 1); 如引用
691 检查或含量测定项下的气相色谱法, 可不再对实验条件进行描述 (例
692 2)。

693 书写格式举例如下。

694 例 1 取鉴别 (1) 项下的薄膜 0.2g, 加三氯甲烷 20ml 使溶解, 滤
695 过, 取续滤液作为供试品溶液。

696 取十六醇对照品适量, 加三氯甲烷溶解并制成每 1ml 中约含 1mg
697 的溶液, 作为对照品溶液。

698 照气相色谱法（通则 0521），用聚二甲基硅氧烷为固定液（或
699 极性相近）的毛细管色谱柱，柱温为 50℃，维持 5 分钟，以每分钟
700 20℃升温至 220℃，维持 2 分钟；进样口温度为 250℃，检测器温度
701 为 250℃；取供试品溶液和对照品溶液各 1μl，进样，记录色谱图。

702 供试品溶液色谱图中应呈现十六醇对照品溶液主峰相同保留时
703 间的色谱峰。

704 （乙基纤维素水分散体）

705 例 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
706 酯峰、硬脂酸甲酯峰、油酸甲酯峰、亚油酸甲酯峰的保留时间应分别
707 与对照品溶液中相应峰的保留时间一致。

708 （可可脂）

709 8.4.4 电泳法

710 电泳法是指利用溶液中带有不同量电荷的阳离子或阴离子，在外
711 加电场中使供试品组分以不同的迁移速度向对应的电极移动，实现分
712 离并通过适宜的检测方法记录或计算，达到测定目的的分析方法。可
713 用于蛋白类辅料的鉴别。

714 书写格式举例如下。

715 例 取本品 10mg，置 10ml 离心管中，加溶剂（取异丙醇 55ml，
716 β-巯基乙醇 2ml，加水至 100ml）10ml，用涡旋混合器混合振荡使样
717 品完全溶解，再以每分钟 11000 转离心 10 分钟，取上清液作为供试
718 品贮备液。

719 取供试品贮备液与缓冲液（取三羟甲基氨基甲烷 6.0g，加水 70ml，
720 用盐酸调节 pH 值至 6.8，加丙三醇 20ml，十二烷基硫酸钠 4.0g，溴
721 酚蓝 0.005g，加水至 100ml）（1:1）混合，将混合溶液置于密封的微
722 量离心管中 95℃放置 10 分钟，再置冰浴中冷却，作为供试品溶液。

723 取合适的含有 10-190kDa 或 10-100kDa 蛋白条带的分子量标记物
724 (蛋白标准品可商业购买) 与缓冲液 (1:1) 混合, 将混合溶液置于
725 密封的微量离心管中 95℃ 放置 10 分钟, 再置冰浴中冷却, 作为标准
726 蛋白溶液。

727 分别取标准蛋白溶液与供试品溶液各 10 μ l (上样量约为 5 μ g),
728 照电泳法 (通则 0541 第五法) 测定, 分离胶溶液为 30% 丙烯酰胺溶
729 液 (取丙烯酰胺 60g 与亚甲基双丙烯酰胺 1.6g, 加水至 200ml, 滤纸
730 滤过, 避光保存) - 分离胶缓冲液 (取三羟甲基氨基甲烷 36.3g, 加适
731 量水溶解, 用盐酸调节 pH 值至 8.8, 加水稀释至 100ml) - 20% 十二
732 烷基硫酸钠溶液 - 10% 过硫酸铵溶液 (临用新配) - 四甲基乙二胺 - 水
733 (3.5: 1.5: 0.08: 0.1: 0.01: 5.3), 电压为 100V, 运行时间为 2.5
734 小时或前沿到达凝胶顶部。

735 以标准蛋白分子量的对数为纵坐标, 相对迁移率为横坐标, 计算
736 回归方程, 供试品在 19~26kDa 应含有两个主要的蛋白质带。

737 (玉米朊)

738 8.5 紫外-可见吸收光谱特征

739 在有机物分子结构中, 如含有共轭体系、芳香环等结构, 均可在
740 紫外光区 (200-400nm) 或可见光区 (400-760nm) 产生吸收, 可作
741 为鉴别的依据。

742 通常采用在指定溶剂 (如 0.1mol/L 盐酸溶液、0.1mol/L 氢氧化
743 钠溶液、水、乙醇或无水乙醇等) 配制的溶液在特定波长处有最大吸
744 收 (例 1), 或测定 2-3 个特定波长处的吸光度比值 (例 2), 以提
745 高专属性。

746 书写格式举例如下。

747 例 1 取本品 25mg, 置 100ml 量瓶中, 加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解

748 并稀释刻度，摇匀，精密量取 1ml，置 100ml 量瓶中，用 0.1mol/L 盐
749 酸溶液稀释至刻度，摇匀。照紫外-可见分光光度法（通则 0401）测
750 定，在 264nm 的波长处有最大吸收。

751 （山梨酸）

752 例 2 取本品，加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液，
753 照紫外-可见分光光度法（通则 0401）测定，在 261nm 的波长处有最
754 大吸收，在 245nm 的波长处有最小吸收，在 245nm 波长处的吸光度
755 与 261nm 波长处的吸光度的比值应为 0.63~0.67。

756 （烟酰胺）

757 8.6 红外吸收光谱特征

758 红外光谱是分子的振动-转动光谱，特征性强，是鉴别物质和分
759 析物质化学结构的有效手段。药用辅料红外对照图谱录制细则详见附件
760 1：药用辅料红外对照图谱录制细则。

761 可采用与对照图谱进行比较，对照图谱以附图形式提供（例 1），
762 需进行干燥或其他前处理的应予以说明（例 2），附中表述为“附：
763 药用辅料***红外光吸收对照图谱”。

764 也可采用与对照品的图谱进行比较（例 3），需特殊处理或指定
765 测定条件的应在方法中予以描述（例 4）。

766 当不宜采用标准光谱比对法，可采用特征谱带比较法，规定在特
767 定波长范围（例 5）或若干个特定波数（例 6）处有特征吸收，用于
768 鉴别。

769 书写格式举例如下。

770 例 1 本品的红外光吸收图谱应与对照图谱（附图）一致（通则
771 0402）。

772 （苯甲地那铵公示稿）

773 例 2 本品在 105℃干燥 2 小时,其红外光吸收图谱应与对照图谱
774 (附图)一致(通则 0402)。

775

776 例 3 本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则
777 0402)。

778 (马来酸)

779 例 4 本品的红外光吸收图谱(石蜡糊法)应与对照品的图谱一致
780 (通则 0402)。如不一致,取供试品和对照品用水溶解,滤过;滤
781 液蒸干,残渣置干燥器中放置过夜,同法测定比较。

782 (硫酸羟喹啉)

783 例 5 本品的红外光吸收图谱(膜法)应在 $3960\sim 2890\text{cm}^{-1}$ 和 1770
784 $\sim 1720\text{cm}^{-1}$ 区间有最大吸收(通则 0402)。

785 (甘油三乙酯)

786 例 6 本品的红外光吸收图谱(通则 0402)应在波数为
787 $1710\text{cm}^{-1}\pm 5\text{cm}^{-1}$ 、 $1454\text{cm}^{-1}\pm 5\text{cm}^{-1}$ 、 $1414\text{cm}^{-1}\pm 5\text{cm}^{-1}$ 、 $1245\text{cm}^{-1}\pm 5\text{cm}^{-1}$ 、
788 $1172\text{cm}^{-1}\pm 5\text{cm}^{-1}$ 、 $1115\text{cm}^{-1}\pm 5\text{cm}^{-1}$ 和 $801\text{cm}^{-1}\pm 5\text{cm}^{-1}$ 处有特征吸收,其
789 中 1710cm^{-1} 处有最强吸收。

790 (卡波姆均聚物)

791 8.7 X 射线衍射法

792 每种化学物质,当其化学成分与固体物质状态(晶型)确定时,
793 应该具有独立的特征 X 射线衍射图谱和数据[包括衍射峰数量、衍射
794 峰位置(2θ 值或 d 值)、衍射峰强度(相对强度或绝对强度)、衍
795 射峰几何拓扑(不同衍射峰间的比例)等],可作为鉴别的依据。测
796 定条件应明确光源、管电压和管电流等参数。

797 直接测定的可直接引用(例 1),有特殊处理要求的应在方法中
798 进行描述(例 2)。

799 书写格式举例如下。

800 例 1 取本品，照 X 射线衍射法（通则 0451），在 d 值为 1.48 ~
801 1.54Å 的范围内测定，在 1.492 ~ 1.504Å 与 1.510 ~ 1.540Å 两个范围
802 内有吸收峰。

803 (硅酸镁铝)

804 例 2 取本品 2g，逐步加入 100ml 水中，强烈搅拌，静置 12 小
805 时以使水化完全。取 2ml 置合适的载玻片上，室温自然风干使成薄膜。
806 将载玻片置于放有乙二醇的真空干燥器内，将干燥器抽真空，使得乙
807 二醇蒸气能在其中饱和，静置 12 小时，照 X 射线衍射法(通则 0451)，
808 记录 X 射线衍射光谱图并计算 d 值，最大吸收峰相应的 d 值在 15.0 ~
809 17.2Å 之间。

810 (硅酸镁铝)

811 8.8 离子反应

812 当供试品为一种盐时，应提供其盐基或酸根的鉴别。

813 最常用的盐基和酸根的鉴别方法已收载于《中国药典》四部通则
814 “一般鉴别试验”中，可直接引用，不再重复叙述操作方法（例 1）。

815 供试品如需经过预处理，应先详细叙述处理方法，而后引用《中
816 国药典》四部通则（例 2）。

817 书写格式举例如下。

818 例1 取本品约0.5g，用水10ml溶解后，溶液显钠盐鉴别（1）的
819 反应与苯甲酸盐的鉴别反应（通则0301）。

820 (苯甲酸钠)

821 例2 取本品约1g，置瓷蒸发皿中，加水10ml与硫酸5ml，加热至
822 产生白烟，冷却，缓缓加水20ml，煮沸2~3分钟，滤过，滤渣为灰色。
823 滤液显铝盐的鉴别反应（通则0301）。

824 (白陶土)

825 8.9 其他

826 除上述鉴别反应外,还可采用显微鉴别(例 1)、比旋度测定(例
827 2)、聚合度测定(例 3)、凝点测定(例 4)、溶液酸碱性测定(例
828 5)等方式进行鉴别。

829 书写格式举例如下。

830 例 1 取本品,用甘油醋酸试液装片(通则 2001),在显微镜下
831 观察。小麦淀粉多为单粒,呈显出大或者小颗粒,中等大小的颗粒很
832 少。从正面看,大颗粒的直径一般为 10~60 μm ,一般为平圆形的,
833 也有很少是椭圆形的,中心脐点或者条纹不可见,或者几乎不可见,
834 小麦淀粉颗粒的边缘有时会出现裂纹;从侧面看,颗粒成椭圆形或者
835 梭形,并且脐点在中心轴线上;小颗粒成圆形或者多边形,直径约 2
836 ~10 μm 。在偏光显微镜下观察,呈现偏光十字,十字交叉位于颗粒
837 脐点处。

838 (小麦淀粉)

839 例 2 在含量测定项下,非转化溶液的比旋度不小于+62.6°,酸转
840 化溶液为左旋。

841 (可压性蔗糖)

842 例 3 取本品约 0.25g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加水与
843 1.0mol/L 双氢氧化乙二胺铜溶液各 25ml,立即通入氮气以排除瓶中
844 的空气,密塞,振摇使完全溶解,取溶液适量转移至乌氏黏度计(毛
845 细管内径 0.7~0.8mm)中,在 25 $^{\circ}\text{C}\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 水浴中平衡至少 5 分钟,
846 记录溶液流经黏度计上下两个刻度时的时间 t_1 (以秒计)计算溶液的
847 运动黏度(v_1)。取适量 1.0mol/L 双氢氧化乙二胺铜溶液与等量水混
848 合,用乌氏黏度计(毛细管内径 0.5~0.6mm)同法测定(通则 0633

849 第二法) 流出时间 t_2 (以秒计), 计算溶剂的运动黏度 (v_2)。按下
850 式计算供试品的相对黏度 (η_{rel}) (略)

851 根据计算的相对黏度 (η_{rel}) 值, 查特性黏数表 (附表) 得到特性黏
852 数 $[\eta]C$, 按下式计算聚合度 (P), 应不低于 440。

$$853 \quad P = \frac{95[\eta]C}{m[(100-b)/100]}$$

854 式中 m 为供试品取样量, g;

855 b 为供试品干燥失重, %。

856 (粉状纤维素)

857 例 4 取本品约 25g, 加稀硫酸 60ml 与热水 200ml, 加热并时时
858 搅拌, 使脂肪酸成油层分出, 取油层用沸水洗涤至洗液不显硫酸盐的
859 反应, 收集油层于小烧杯中, 在蒸汽浴上温热至油层与水层完全分离,
860 并呈透明状, 放冷, 弃去水层, 加热使油层熔化, 趁热滤过, 置干燥
861 烧杯中, 在 105°C 干燥 20 分钟。依法测定 (通则 0613), 凝点不低
862 于 54°C 。

863 (硬脂酸钙)

864 例 5 取本品 50mg, 加水 500ml 溶解, 溶液呈碱性。

865 (氢氧化钾)

866 9. 检查

867 检查项下规定的各种杂质检查项目, 系指该药用辅料在按既定工
868 艺进行生产和正常贮藏过程中可能含有或产生并需要控制的杂质。

869 主要包括理化性质的检查、生物安全性的检查及功能性相关指标
870 检查。检查内容归纳为: 功能性相关指标检查、酸碱度、溶液的澄清
871 度与颜色、无机阴离子、有关物质、干燥失重或水分、炽灼残渣、**元**
872 **素杂质、脂肪酸组成**及安全性检查等。

873 9.1 功能性相关指标检查

874 9.1.1 粒度或粒度分布

875 书写格式举例如下。

876 例 粒度 取本品 15.0g, 精密称定, 照粒度和粒度分布测定法(通
877 则 0982 第二法)测定。能通过六号筛的样品量不得少于供试量的
878 90%, 不能通过三号筛的样品量不得过供试量的 0.5%。

879 (磷酸淀粉钠)

880 9.1.2 锥入度

881 锥入度用于控制作为软膏基质的药用辅料的涂展性能, 反映药用
882 辅料的软硬度和粘稠度等性质。

883 书写格式举例如下。

884 例 锥入度 取本品适量, 在 $85^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 熔融, 照锥入度测定法(通
885 则 0983)测定。测定值应在标示范围内。

886 (白凡士林)

887 9.1.3 滴点

888 滴点用于控制作为软膏基质的药用辅料的液化温度。

889 书写格式举例如下。

890 例 滴点 取本品适量, 加热至 $120^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$, 搅拌均匀, 然后冷却
891 至 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$; 在烘箱中加热金属脂杯至 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$, 取出后放在洁
892 净的平板或瓷砖上, 迅速倒入足量已熔化的试样, 使其完全充满金属
893 脂杯; 将金属脂杯在平板上冷却 30 分钟, 然后置于 25°C 恒温 4 小时
894 以上, 取出, 用刀片向一个方向把试样表面削平, 将金属脂杯推进滴
895 点计中测定。测定值应在标示范围内。

896 (白凡士林)

897 9.1.4 沉降体积

898 书写格式举例如下。

899 例 沉降体积 取 100ml 具塞量筒，加水 75ml，取本品 1.5g，分
900 三次加入量筒，每次 0.5g，每次加样后剧烈振摇，最终加水至 100ml，
901 继续振摇至供试品在溶液中均匀分散，放置 4 小时，沉降体积应为
902 10.0~30.0ml。

903 (交联羧甲基纤维素钠)

904 9.1.5 崩解时限

905 书写格式举例如下。

906 例 崩解时限 取本品 6 粒，装满滑石粉，照崩解时限检查法（通
907 则 0921）胶囊剂项下的方法，加挡板进行检查，各粒均应在 10 分钟
908 内崩解，除破碎的囊壳外，应全部通过筛网。如有胶囊壳碎片不能通
909 过筛网，但已软化、黏附在筛网及挡板上，可作符合规定论。如有 1
910 粒不符合规定，应另取 6 粒复试，均应符合规定。

911 (明胶空心胶囊)

912 9.1.6 松紧度

913 书写格式举例如下。

914 例 松紧度 取本品 10 粒，用拇指与食指轻捏胶囊两端，旋转拔
915 开，不得有粘结、变形或破裂，然后装满滑石粉，将帽、体套合并锁
916 合，逐粒于 1m 的高度处直坠于厚度为 2cm 的木板上，应不漏粉；如
917 有少量漏粉，不得超过 1 粒。如超过，应另取 10 粒复试，应符合
918 规定。

919 (明胶空心胶囊)

920 9.1.7 脆碎度

921 书写格式举例如下。

922 例 脆碎度 取本品 50 粒，置表面皿中，放入盛有硝酸镁饱和溶
923 液的干燥器内，置 $25^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 恒温 24 小时，取出，立即分别逐粒放入

924 直立在木板（厚度 2cm）上的玻璃管（内径为 24mm，长为 200mm）
925 内，将圆柱形砝码（材质为聚四氟乙烯，直径为 22mm，重 $20\text{g}\pm 0.1\text{g}$ ）
926 从玻璃管口处自由落下，视胶囊是否破裂，如有破裂，不得超过 5 粒。

927 （明胶空心胶囊）

928 9.1.8 凝冻强度

929 书写格式举例如下。

930 例 凝冻强度（仅限硬胶囊） 取本品两份各 7.50g，分别置内径
931 为 $59\text{mm}\pm 1\text{mm}$ 的冻力瓶中，加水 105g，用橡胶塞密塞，在室温下放
932 置 1~4 小时，使供试品充分吸水膨胀，在 $65^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的水浴中搅拌加
933 热 15 分钟使溶散均匀，取冻力瓶置磁力搅拌器上，打开瓶塞，加磁
934 力搅拌子，再盖上橡胶塞，磁力搅拌 5 分钟，使溶液分散均匀，并使
935 凝结在冻力瓶内壁的水混合到溶液中，制成 6.67% 的供试胶液。在室
936 温条件放置，使瓶内的胶液温度降至约 30°C 后，再将冻力瓶放入已
937 调节水平的恒温水浴箱中，在 $10^{\circ}\text{C}\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 中保温 16~18 小时后，迅速
938 取出冻力瓶，擦干外壁水珠，打开冻力瓶的橡胶塞，将冻力瓶放置在
939 凝胶强度测定仪的测试平台上，使冻力瓶的中心在探头正下方，采用
940 直径为 $12.7\text{mm}\pm 0.1\text{mm}$ 且底部边缘锐利的圆柱型探头，以每秒
941 0.5mm 的下行速度，测定探头下压至凝胶表面下凹 4mm 处的凝冻
942 强度，取两份供试品测定结果的平均值，即得。凝冻强度应在标示值
943 的 $\pm 20\%$ 以内，两份供试品测量值的绝对差值不得过 10 Bloom g。

944 （胶囊用明胶）

945 9.1.9 吸水力

946 书写格式举例如下。

947 例 吸水力 取本品 5.0g，置 100ml 量筒中，加水至 100ml，搅匀，
948 在 25°C 静置 24 小时，经湿润的玻璃棉滤入另一量筒中，滤液的总量

949 不得过 75ml。

950 (琼脂)

951 9.1.10 吸湿力

952 书写格式举例如下。

953 例 吸湿力 取本品约 10g, 置直径约 50mm、高 30mm 的称量瓶
954 中, 精密称定重量后, 启盖, 置贮有 14% (ml/ml) 硫酸溶液的干燥
955 器中, 放置 24 小时, 增加的重量不得过 7.5%。

956 (碱石灰)

957 9.2 酸度、碱度、酸碱度或 pH 值

958 将药用辅料加水溶解或制成过饱和的混悬液后, 其水溶液的 pH
959 值应较为恒定; 如 pH 的测定值有较大的偏离时, 提示可能受酸、碱
960 物质的污染, 或有水解现象产生; 尤其是盐类物质, 如在成盐工艺中
961 的酸碱配比不当, 将严重影响其成品的酸碱度。因此, 对于盐类、酯
962 类、酰胺类, 或在最后生产工艺中经酸或碱处理的药用辅料, 应根据
963 其性质, 进行酸度、碱度、酸碱度或 pH 值检查。酸度、碱度、酸碱
964 度用于固体药用辅料, pH 值用于液体药用辅料。

965 检查方法可采用 pH 值法、酸碱滴定法和指示液法。

966 9.2.1 酸度

967 书写格式举例如下。

968 例 1 酸度 取本品 5.0g, 加水 10ml 使溶解, 依法测定(通则 0631),
969 pH 值应为 5.0~7.0。

970 (木糖醇)

971 例 2 酸度 取本品 2.0ml, 置锥形瓶中, 加中性乙醇 10ml 与酚酞
972 指示液 2 滴, 摇匀, 滴加氢氧化钠滴定液 (0.1mol/L) 至显粉红色。
973 消耗氢氧化钠滴定液 (0.1mol/L) 的体积不得过 0.10ml。

974 (乙酸乙酯)

975 例 3 酸度 取本品 5.0g, 加水 50ml, 加热使溶解, 放冷, 加酚酞
976 指示液 2 滴与氢氧化钠滴定液 (0.1mol/L) 2.0ml, 应显粉红色。

977 (糊精)

978 9.2.2 碱度

979 书写格式举例如下。

980 例 1 碱度 取本品 1.0g, 加水 20ml 溶解后, 依法测定(通则 0631),
981 pH 值应为 9.0~9.4。

982 (无水磷酸氢二钠)

983 例 2 碱度 取本品 1.0g, 加水 100ml 溶解后, 加酚红指示液 2 滴,
984 用盐酸滴定液 (0.1mol/L) 滴定。消耗盐酸滴定液 (0.1mol/L) 不得
985 过 0.5ml。

986 (十二烷基硫酸钠)

987 例 3 碱度 取本品 3.0g, 加无水乙醇 25ml, 加热使溶解, 放冷,
988 加酚酞指示液 2 滴, 溶液不得显红色。

989 (十八醇)

990 9.2.3 酸碱度

991 书写格式举例如下。

992 例 1 酸碱度 取本品 1g, 加水 20ml, 振摇使混悬均匀, 依法测
993 定(通则 0631), pH 值应为 4.0~8.0。

994 (二氧化硅)

995 例 2 酸碱度 取本品 1.0g, 加水 100ml 溶解, 加酚酞指示液 2 滴,
996 用氢氧化钠滴定液 (0.1mol/L) 或盐酸滴定液 (0.1mol/L) 滴定, 消
997 耗氢氧化钠滴定液 (0.1mol/L) 或盐酸滴定液 (0.1mol/L) 的体积不
998 得过 1.7ml。

999 (甘油磷酸钙)

1000 例3 酸碱度 取本品 5.0g, 加水 50.0ml 使溶解, 滤过, 精密量取
1001 续滤液 10ml, 加溴麝香草酚蓝指示液 0.1ml; 如显蓝色, 加盐酸滴定
1002 液 (0.01mol/L) 1.0ml, 应变为黄色; 如显黄色, 加氢氧化钠滴定液
1003 (0.01mol/L) 1.0ml, 应变为蓝色。

1004 (二氧化钛)

1005 9.2.4 pH 值

1006 书写格式举例如下。

1007 例 pH 值 应为 4.0 ~ 7.0 (通则 0631)。

1008 (乙基纤维素水分散体)

1009 9.3 溶液的澄清度与颜色

1010 利用药用辅料在特定溶剂中的溶解性能, 及其溶液对可见光波的
1011 吸收情况, 可作为辅料的纯度检查之一, 以控制微量不溶性杂质和呈
1012 色的物质。

1013 9.3.1 溶液的澄清度

1014 当供试品溶液的澄清度与所用溶剂相同或不超过 0.5 号浊度标准
1015 液时, 应定为“澄清”(例 1); 如允许出现略显浑浊, 则应定出不得
1016 浓于×号浊度标准液(例 2); 用有机溶剂制备供试品溶液进行检查
1017 的, 则其小标题可称为“××溶液的澄清度”(例 3)。

1018 书写格式举例如下。

1019 例 1 溶液的澄清度 取本品 1ml, 加 70%乙醇 2ml 溶解后, 依法
1020 检查(通则 0902), 溶液应澄清。

1021 (丁香茎叶油)

1022 例2 溶液的澄清度 取本品1.0g, 加水20ml溶解后, 溶液与2号浊
1023 度标准液(通则0902第一法)比较, 不得更浓。

1024 (碳酸氢钠)

1025 例 3 乙醇溶液的澄清度 取本品 1.0g, 加乙醇 25ml 使溶解, 依
1026 法检查 (通则 0902 第一法), 溶液应澄清。

1027 (硼酸)

1028 9.3.2 溶液的颜色

1029 检查以水或其他溶剂制成供试品溶液或液体供试品的颜色, 并与
1030 标准比色液比较 (例 1); 当供试品溶液的色调与标准比色液不一致
1031 时, 应详列对照液配制方法 (例 2); 或在可见光波长范围内采用仪
1032 器测定法 (例 3)。

1033 书写格式举例如下。

1034 例 1 溶液的颜色 取本品, 加水制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,
1035 与黄色 2 号标准比色液 (通则 0901 第一法) 比较, 不得更深。

1036 (油酸钠)

1037 例 2 溶液的颜色 取本品 1.0g, 加氢氧化钠试液 10ml 溶解后, 依
1038 法检查 (通则 0901), 如显色, 与同体积的对照液 (取比色用氯化
1039 钴液 1.5ml、比色用重铬酸钾液 17ml 与比色用硫酸铜液 1.5ml, 加水
1040 至 1000ml) 比较, 不得更深。

1041 (烟酸)

1042 例 3 溶液的颜色 取本品适量, 加乙醇制成每 1ml 中含 6mg 的溶
1043 液, 照紫外-可见分光光度法 (通则 0401), 在 350nm 的波长处测定
1044 吸光度, 不得过 0.8。

1045 (大豆磷脂)

1046 9.3.3 溶液的澄清度与颜色

1047 既检查供试品溶液的澄清度又检查其颜色, 多与标准比色液和浊
1048 度标准液相比较 (例 1); 也可详列对照溶液配制方法 (例 2) 或采

1049 用仪器法（例 3）。

1050 书写格式举例如下。

1051 例 1 溶液的澄清度与颜色 取本品 2.0g，加水 10ml 溶解后，依
1052 法检查（通则 0901 与通则 0902），溶液应澄清无色；如显浑浊，与
1053 1 号浊度标准液（通则 0902 第一法）比较，不得更浓；如显色，与
1054 黄色 1 号标准比色液（通则 0901 第一法）比较，不得更深。

1055 （无水碳酸钠）

1056 例 2 溶液的澄清度与颜色 取本品 0.1g，加三氯甲烷 10ml，加热
1057 使溶解，依法检查（通则 0901 与通则 0902），溶液应澄清无色；如
1058 显色，与同体积的对照液（取比色用重铬酸钾液 1.0ml，加水 15ml，
1059 摇匀，即得）比较，不得更深。

1060 （巴西棕榈蜡）

1061 例 3 溶液的澄清度与颜色 取本品 2.0g，加水 10.0ml 溶解，溶
1062 液应澄清，照紫外-可见分光光度法（通则 0401），在 420nm 的波长
1063 处测定吸光度，不得过 0.030。

1064 （葡甲胺）

1065 9.4 无机阴离子

1066 药用辅料中的无机阴离子，大多来自原材料和生产工艺，少数为
1067 其降解产物。除氯化物和硫酸盐作为信号杂质存在而进行一般检查
1068 外，对其他无机阴离子的检查，要根据各自的情况，有选择地加以制
1069 订。

1070 9.4.1 氯化物

1071 可采用硝酸银滴定法（例 1）或比浊法；比浊法中可与标准氯化
1072 钠溶液比较（例 2）；也可详述对照溶液配制方法（例 3）。

1073 书写格式举例如下。

1074 例 1 氯化物 取本品约 2.5g, 精密称定, 置 200ml 量瓶中, 加稀
1075 硝酸 50ml, 振摇 1 小时, 加稀硝酸稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密
1076 量取续滤液 50ml, 照电位滴定法 (通则 0701), 用硝酸银滴定液
1077 (0.02mol/L) 滴定, 并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 硝酸
1078 银滴定液 (0.02mol/L) 相当于 0.709mg 的 Cl。含 Cl 不得过 1.0%。
1079 (海藻酸)

1080 例 2 氯化物 取本品 0.25g, 加水 40ml, 煮沸, 放冷, 加水至 50ml,
1081 摇匀, 滤过; 弃去初滤液 10ml, 取续滤液 10.0ml, 依法检查 (通则
1082 0801), 与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较, 不得更浓 (0.1%)。
1083 (乙基纤维素)

1084 例 3 氯化物 取本品 0.50g, 加稀乙醇 25ml, 振摇溶解后, 加硝
1085 酸 1.0ml 与稀乙醇适量使成 50ml, 再加硝酸银试液 1.0ml, 摇匀, 在
1086 暗处放置 5 分钟, 与对照液 (取标准氯化钠溶液 5.0ml 加硝酸 1.0ml
1087 与稀乙醇适量使成 50ml, 再加硝酸银试液 1.0ml 制成) 比较, 不得更
1088 浓 (0.01%)。

1089 (三氯叔丁醇)

1090 9.4.2 硫酸盐

1091 多采用与标准硫酸钾溶液比较的方法。

1092 书写格式举例如下。

1093 例 硫酸盐 取本品 10.0g, 加水约 40ml, 充分振摇, 滤过, 取滤
1094 液依法检查 (通则 0802), 与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比
1095 较, 不得更浓 (0.002%)。

1096 (二丁基羟基甲苯)

1097 9.4.3 二氧化硫

1098 可采用酸碱滴定法 (例 1) 或氧化还原滴定法 (例 2)。

1099 书写格式举例如下。

1100 例 1 二氧化硫 取本品适量，依法检查（通则 2331 第一法），
1101 含二氧化硫不得过 0.005%。

1102 （小麦淀粉）

1103 例 2 二氧化硫 取本品 5g，精密称定，置 250ml 碘量瓶中，加水
1104 100ml 使溶解，加盐酸 5ml 与淀粉指示液 1ml，立即用碘滴定液
1105 （0.01mol/L）滴定至溶液由淡黄色变为淡蓝色至紫红色，并将滴定的
1106 的结果用空白试验校正。每 1ml 碘滴定液(0.01mol/L)相当于 0.6406mg
1107 的 SO₂，含二氧化硫不得过 0.004%。

1108 （麦芽糊精）

1109 9.4.4 硫代硫酸盐

1110 书写格式举例如下。

1111 例 硫代硫酸盐 取本品 2.0g，加水 100ml，振摇使溶解，加甲醛
1112 溶液 10ml 与醋酸 10ml，摇匀，静置 5 分钟，取水 100ml，自“加甲醛
1113 溶液”起同法操作，作为空白。加淀粉指示液 0.5ml，用碘滴定液
1114 （0.05mol/L）滴定，并将滴定的结果用空白试验校正。消耗碘滴定
1115 液（0.05mol/L）的体积不得过 0.15ml。

1116 （无水亚硫酸钠）

1117 9.4.5 草酸盐

1118 可采用沉淀反应（例 1）或比浊法（例 2）。

1119 书写格式举例如下。

1120 例 1 草酸盐 取本品 1.0g，加水 10ml 溶解后，加氨试液中和，
1121 加氯化钙试液 2ml，在室温放置 30 分钟，不得产生浑浊。

1122 （无水枸橼酸）

1123 例 2 钙盐或草酸盐 取本品 2.0g，加新沸放冷的水 20ml 溶解后，

1124 加氨试液 0.4ml 与草酸铵试液 2ml, 摇匀, 放置 1 小时, 如发生浑浊,
1125 与标准钙溶液[精密称取碳酸钙 0.125g, 置 500ml 量瓶中, 加水 5ml
1126 与盐酸 0.5ml 的混合液使溶解, 并用水稀释至刻度, 摇匀, 每 1ml 中
1127 含钙 (Ca) 0.10mg]1.0ml 制成的对照液比较, 不得更浓 (0.005%)。

1128 在上述检查中, 如不发生浑浊, 应另取本品 1.0g, 加水 1ml 与稀
1129 盐酸 3ml 的混合液使溶解, 加 90%乙醇溶液 4ml 与氯化钙试液 4 滴,
1130 静置 1 小时, 不得发生浑浊。

1131 (枸橼酸钠)

1132 9.4.6 碳酸盐

1133 可采用与盐酸反应产气法 (例 1)、比浊法 (例 2)、酸碱滴定
1134 法 (例 3)。

1135 书写格式举例如下。

1136 例 1 碳酸盐 取本品 2.0g, 加水 10ml, 煮沸, 冷却后, 加盐酸
1137 2ml, 应无气泡产生。

1138 (无水磷酸氢二钠)

1139 例 2 碳酸盐 取本品约 10g (11ml), 置具塞试管中, 加 10ml
1140 氢氧化钙试液, 摇匀, 与 0.01%无水碳酸钠溶液 10ml 用同法制成的
1141 对照液比较, 不得更浓 (0.006%)。

1142 (浓氨溶液)

1143 例 3 碳酸盐 取本品 3.0g, 置瓷研钵中, 加入乙醇 25ml 和水 5ml
1144 研磨, 滴加酚酞指示液 3 滴, 用氯化钡溶液(精密称取氯化钡 12.216g,
1145 加水 300ml 溶解后, 用乙醇稀释至 1000ml) 滴定至混悬液变为无色。
1146 研磨 2 分钟, 如混悬液变为粉色, 继续用氯化钡溶液滴定至无色; 必
1147 要时反复滴加氯化钡溶液并研磨 2 分钟, 直至研磨后混悬液不再显粉
1148 色为终点。每 1ml 氯化钡溶液相当于 6.911mg 的碳酸钾。含碳酸盐不

1149 得过 2.5%。

1150 (碳酸氢钾)

1151 9.4.7 氟化物

1152 可采用电位滴定法，氟离子选择电极为指示电极，饱和甘汞电极
1153 为参比电极。

1154 书写格式举例如下。

1155 例 氟化物 操作时使用塑料用具。取本品约 2.0g，精密称定，置
1156 100ml 量瓶中，加水 20ml 与盐酸 2.0ml，振荡使溶解，加缓冲液（取
1157 枸橼酸钠 73.5g，加水 250ml 使溶解，即得）50ml，用水稀释至刻度，
1158 摇匀，作为供试品溶液。

1159 另精密称取经 105℃干燥 4 小时的氟化钠 221mg，置 100ml 量瓶
1160 中，加水适量使溶解，加缓冲液 50.0ml，用水稀释至刻度，摇匀，即
1161 得标准氟贮备液（每 1ml 相当于 1mg 的 F），精密量取适量，用缓冲
1162 液分别定量稀释制成每 1ml 中含 F 0.1μg、0.2μg、0.5μg、1.0μg 的溶
1163 液，作为对照品溶液。

1164 以氟离子选择电极为指示电极，饱和甘汞电极为参比电极，分别
1165 测量上述对照品溶液和供试品溶液的电位响应值（mV）。以氟离子
1166 浓度（μg/ml）的对数值（lgC）为 x 轴，以电位响应值为 y 轴，绘制
1167 标准曲线，根据测得的供试品溶液的电位值，从标准曲线上确定供试
1168 品溶液中氟离子浓度，含氟化物不得过 0.005%。

1169 （无水磷酸氢钙）

1170 9.4.8 磷酸盐

1171 多采用钼酸铵显色法，并与标准磷酸盐溶液相比较（例 1），特
1172 殊类型的磷酸盐可予详述（例 2）。

1173 书写格式举例如下。

1174 例 1 磷酸盐 取本品 1.0g, 置 25ml 纳氏比色管中, 加稀硝酸 10ml
1175 溶解, 加钼酸铵试液 10ml, 摇匀, 静置 10 分钟, 如显色, 与标准磷
1176 酸盐溶液 (精密称取磷酸二氢钾 0.192g, 置 100ml 量瓶中, 加水溶解
1177 并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 3ml, 置 100ml 量瓶中, 用稀硝酸稀
1178 释至刻度, 摇匀) 10ml 制成的对照液比较, 不得更浓 (0.04%)。

1179 (甘油磷酸钙)

1180 例 2 碱性磷酸盐 取本品 20ml, 置水浴上蒸发至约 5g, 放冷,
1181 取 2ml, 加乙醚 6ml 和乙醇 2ml, 溶液应无浑浊产生。

1182 (稀磷酸)

1183 9.4.9 枸橼酸盐

1184 书写格式举例如下。

1185 例 枸橼酸盐 取本品 5g 置烧杯中, 加新沸放冷的水 20ml, 溶解
1186 后滤过, 滤液加硫酸 0.15ml, 振摇, 滤过, 滤液中加硫酸汞试液 5ml,
1187 加热至沸腾, 再加高锰酸钾溶液 0.5ml, 再次加热至沸腾, 应无沉淀
1188 产生。

1189 (甘油磷酸钙)

1190 9.4.10 硫化物

1191 可采用通则 0803 法 (例 1), 或可详述试验方法 (例 2)。

1192 书写格式举例如下。

1193 例 1 硫化物 取本品 3.0g, 依法检查 (通则 0803), 应符合规定
1194 (0.00017%)。

1195 (白凡士林)

1196 例 2 硫化物 取本品 4.0g, 加饱和氧化铅的氢氧化钠溶液 (1→5)
1197 2 滴, 加乙醇 2ml, 摇匀, 在 70℃ 水浴中加热 10 分钟, 同时振摇,
1198 放冷后, 不得显黑棕色。

1199 (石蜡)

1200 9.4.11 亚硫酸盐

1201 可采用通则 0802 法(例 1), 或可详述试验方法(例 2)。

1202 书写格式举例如下。

1203 例 1 亚硫酸盐(以 SO_2 计) 取本品 5.0g, 置长颈圆底烧瓶中,
1204 加热水 100ml 使溶化, 加磷酸 2ml 与碳酸氢钠 0.5g, 即时连接冷凝管,
1205 加热蒸馏, 用 0.05mol/L 碘溶液 15ml 为接收液, 收集馏出液 50ml,
1206 用水稀释至 100ml, 摇匀, 量取 50ml, 置水浴上蒸发, 随时补充水适
1207 量, 蒸至溶液几乎无色, 用水稀释至 40ml, 照硫酸盐检查法(通则
1208 0802) 检查, 如显浑浊, 与标准硫酸钾溶液 3.75ml 制成的对照液比
1209 较, 不得更浓(0.01%)。

1210 (明胶空心胶囊)

1211 例 2 亚硫酸盐 取新沸放冷的水 50ml, 加碘化钾 1g、0.005mol/L
1212 碘溶液 0.15ml 及淀粉指示液 1.5ml, 摇匀; 另取本品 5ml, 加新沸放
1213 冷的水 50ml 稀释后, 加至上述溶液, 摇匀, 溶液的蓝色不得完全消
1214 失。

1215 (盐酸)

1216 9.4.12 酒石酸盐

1217 书写格式举例如下。

1218 例 酒石酸盐 取本品 1g, 置试管中, 加水 2ml 溶解后, 加醋酸
1219 钾试液与醋酸各 1ml, 用玻璃棒摩擦管壁, 不得析出结晶性沉淀。

1220 (枸橼酸钠)

1221 9.4.13 氰化物

1222 书写格式举例如下。

1223 例 氰化物 取本品 5g, 至蒸馏瓶中, 加水 50ml 与酒石酸 2g, 蒸

1224 馏，馏出液用置于冰水浴的吸收液吸收，吸收液为氢氧化钠试液 2ml
1225 和水 10ml，蒸馏出约 25ml 馏出液，加水稀释至 50ml，加入 12 滴硫
1226 酸亚铁试液，加热至几乎沸腾，放冷，加盐酸 1ml，溶液应不变蓝。

1227 [活性炭（供注射用）]

1228 9.4.14 硝酸盐

1229 可采用电位滴定法（例 1）或比色法（例 2）。

1230 书写格式举例如下。

1231 例 1 硝酸盐 供试品溶液的制备 精密称取本品 0.5g（按干燥品
1232 计算），置 100ml 量瓶中，用缓冲液（取磷酸二氢钾 135g，加水适
1233 量溶解后，加 1mol/L 硫酸溶液 50ml，用水稀释至 1000ml，摇匀，量
1234 取 80ml，用水稀释至 2000ml，摇匀，即得）溶解并稀释至刻度，摇
1235 匀，即得供试品溶液。

1236 标准溶液贮备液的制备 精密称取硝酸钾 0.2038g，置 250ml 量
1237 瓶中，用缓冲液溶解并稀释至刻度，摇匀，即得硝酸盐标准溶液贮备
1238 液（每 1ml 中含 NO_3 0.5mg）。

1239 对照品溶液 1 的制备（适用于黏度不大于 1000 mPa·s 的供试品）
1240 精密量取标准溶液贮备液 10ml、20ml 和 40ml，分别置 100ml 量瓶中，
1241 用缓冲液稀释至刻度，摇匀，即得。

1242 对照品溶液 2 的制备（适用于黏度大于 1000mPa·s 的供试品）精
1243 密量取标准溶液贮备液 1ml、2ml 和 4ml，分别置 100ml 量瓶中，用
1244 缓冲液稀释至刻度，摇匀，即得。

1245 测定法 分别取对照品溶液 1 或对照品溶液 2，以硝酸盐选择电
1246 极为指示电极，银-氯化银电极为参比电极，依法测定（通则 0701）
1247 电位 E (mV)，以电位 E (mV) 对硝酸盐浓度 C 的对数 ($\lg C$) 作
1248 线性回归，得 E - $\lg C$ 标准曲线；取供试品溶液，测定电位 E (mV)，

1249 计算供试品中硝酸盐的量。

1250 按干燥品计，黏度不大于 1000 mPa·s 的供试品含硝酸盐不得过
1251 3.0%；黏度大于 1000 mPa·s 的供试品含硝酸盐不得过 0.2%。

1252 (羟乙纤维素)

1253 例 2 硝酸盐 取本品 1.0g，置试管中，加水 5ml 使溶解，于冰浴
1254 中冷却，加 10%氯化钾溶液 0.4ml 与 0.1%二苯胺硫酸溶液 0.1ml，摇
1255 匀，缓缓滴加硫酸 5ml，摇匀，将试管于 50℃水浴中放置 15 分钟，
1256 溶液产生的蓝色与标准硝酸盐溶液（取硝酸钾 0.163g，加水溶解并稀
1257 释至 100ml，摇匀，精密量取 1ml，加水稀释成 100ml，摇匀，即得，
1258 每 1ml 相当于 10 μ g 的 NO₃）1.0ml，加无硝酸盐的水 4ml，用同一方
1259 法处理后的颜色比较，不得更深（0.001%）。

1260 (硫酸铵)

1261 9.4.15 溴化物

1262 书写格式举例如下。

1263 例 1 溴化物 取本品 2.0g，置 100ml 量瓶中，加水溶解并稀释至
1264 刻度，摇匀，精密量取 5ml，置 10ml 比色管中，加苯酚红混合液[取
1265 硫酸铵 25mg，加水 235ml、2mol/L 氢氧化钠溶液 105ml 与 2mol/L 醋
1266 酸溶液 135ml，摇匀，加苯酚红溶液（取苯酚红 33mg，加 2mol/L 氢
1267 氧化钠溶液 1.5ml，加水溶解并稀释至 100ml，摇匀，即得）25ml，
1268 摇匀，必要时，调节 pH 值至 4.7]2.0ml 和 0.01%氯胺 T 溶液（临用新
1269 制）1.0ml，立即混匀，准确放置 2 分钟，加 0.1mol/L 硫代硫酸钠溶
1270 液 0.15ml，用水稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。

1271 另取标准溴化钾溶液（精密称取在 105℃干燥至恒重的溴化钾
1272 30mg，加水使溶解成 100ml，摇匀，精密量取 1ml，置 100ml 量瓶中，
1273 用水稀释至刻度，摇匀，每 1ml 相当于 2 μ g 的 Br）5.0ml，置 10ml

1274 比色管中，同法制备，作为对照品溶液。

1275 照紫外-可见分光光度法（通则 0401），以水为空白，在 590nm
1276 的波长处测定，供试品溶液的吸光度不得大于对照品溶液的吸光度
1277 （0.01%）。

1278 [氯化钠（供注射用）]

1279 例 2 溴化物 取本品 1.0g，加水 10ml，充分振摇，加盐酸 3 滴与
1280 三氯甲烷 1ml，边振摇边滴加 2%氯胺 T 溶液（临用新配）3 滴，三氯
1281 甲烷层如显色，与标准溴化钾溶液（精密称取在 105℃干燥至恒重的
1282 溴化钾 0.1489g，加水使溶解成 100ml，摇匀）1.0ml，用同一方法制
1283 成的对照液比较，不得更深（0.1%）。

1284 （月桂氮 酮）

1285 9.4.16 亚硝酸盐

1286 书写格式举例如下。

1287 例 亚硝酸盐 取本品 1.0g，加水溶解并稀释至 10ml，照紫外-可
1288 见分光光度法（通则 0401）测定，在 354nm 的波长处测定，吸光度
1289 不得过 0.01。

1290 [氯化钠（供注射用）]

1291 9.4.17 亚铁氰化物

1292 书写格式举例如下。

1293 例 亚铁氰化物 取本品 2.0g，加水 6ml，超声处理使溶解，加混
1294 合液[取硫酸铁铵溶液（取硫酸铁铵 1g，加 0.05mol/L 硫酸溶液 100ml
1295 使溶解）5ml 与 1%硫酸亚铁溶液 95ml，混匀]0.5ml，摇匀，10 分钟
1296 内不得显蓝色。

1297 [氯化钠（供注射用）]

1298 9.4.18 硅酸盐

1299 书写格式举例如下。

1300 例 硅酸盐 取本品 1.0g (按干燥品计), 置坩埚中, 炽灼至完全
1301 灰化; 加稀盐酸 20ml, 盖上玻璃平皿, 缓缓煮沸 30 分钟。移去玻璃
1302 平皿, 水浴挥发至干, 继续小火加热 1 小时, 加热水 10ml, 搅拌均匀。
1303 经定量滤纸滤过, 沉淀用热水洗涤至冲洗液中加硝酸银试液不再
1304 产生沉淀时止。沉淀与定量滤纸同置已恒重的坩埚中, 在 500~600℃
1305 炽灼至恒重, 遗留残渣不得过 0.5%。

1306 (羧甲基纤维素钠)

1307 9.4.19 其他无机阴离子

1308 根据药用辅料各自的化学特性, 可对生产工艺中带来的常伴随成
1309 品存在的阴离子进行检查, 如氯化钠中检查碘化物 (例 1)。另外,
1310 电导率是表征物体导电能力的物理量, 通过测定电导率也可反映杂质
1311 离子的存在情况 (例 2)。

1312 例 1 碘化物 取本品的细粉 5.0g, 置瓷蒸发皿内, 滴加新配制的
1313 淀粉混合液 (取可溶性淀粉 0.25g, 加水 2ml, 搅匀, 加沸水至 25ml,
1314 随加随搅拌, 放冷, 加 0.025mol/L 硫酸溶液 2ml、亚硝酸钠试液 3 滴
1315 与水 25ml, 混匀) 适量, 使晶粉湿润, 置日光下 (或日光灯下) 观
1316 察, 5 分钟内晶粒不得显蓝色痕迹。

1317 [氯化钠 (供注射用)]

1318 例 2 电导率 取本品约 5.0g (以无水物计), 精密称定, 置 50ml
1319 容量瓶中, 加新沸放冷的水溶解并稀释至刻度。在 20℃ 下测定溶液
1320 的电导率 (通则 0681), 不得过 200 μ S/cm。

1321 (羟丙基倍他环糊精)

1322 9.5 有机杂质与有关物质

1323 有机杂质与有关物质主要根据药用辅料的各自来源、生产工艺

1324 (如生产用的中间体、工艺中的副产物和残留有机溶剂等)和贮藏过
1325 程(如降解产物)中可能引入的杂质,而加以制订。其中有些是严重
1326 影响用药安全的杂质,应严格控制其杂质限量。

1327 确定检查杂质“标题”的依据是:

1328 ①检查对象明确为某一物质时,即以该杂质的名称为标题,如乙
1329 基纤维素中的乙醛,大豆油中的棉籽油,油酸钠中的 dl- α -生育酚等;
1330 当杂质的化学名太长而又无其他简短通俗的名称时,可参考异丙醇项
1331 下用“羰基化合物”、苯扎溴铵项下用“氮化合物”等,选用相宜的标题;

1332 ②检查对象不能明确为某单一物质,而仅知为某一类物质时,其
1333 标题可采用“残留溶剂”、“其他氨基酸”、“对羟基苯甲酸酯类”、“游离
1334 脂肪酸”、“有关物质”等;

1335 ③有的根据检测方法而选用标题,如“杂质吸光度”、“易氧化物”、
1336 “易炭化物”、“不挥发物”、“挥发性杂质”、“ $\times\times$ 中溶解物”等。

1337 检测方法的选择,应根据专属、灵敏、简便的原则,并根据生产
1338 实际和质量水平,订出适当的限度以保证质量。较多应用薄层色谱法、
1339 高效液相色谱法、气相色谱法及紫外-可见分光光度法,也可用容量
1340 分析法、重量法、显色反应或比浊法等。

1341 9.5.1 薄层色谱法

1342 在有机杂质与有关物质检查中,薄层色谱法是常用方法之一。应
1343 规定系统适用性试验要求;方法中要依次明确叙述供试品溶液与对照
1344 品溶液的制备、点样量、薄层板、展开剂、展开条件和检测方法。

1345 用于已知杂质检查时,可用一种或一种以上的一定量已知杂质对
1346 照品同时展开,检测并进行比较(例1)。

1347 用于未知杂质检查时,可用供试品溶液或主成分对照品溶液自身
1348 稀释对照法(例2)。

1349 不规定杂质斑点数或杂质总量的方法尽量不采用；无对照品溶液
1350 仅有供试品溶液，要求除主斑点外不允许出现杂质斑点的方法不宜采
1351 用。通常规定杂质斑点数和单一杂质量。

1352 当采用系列自身稀释对照溶液时，可规定估计的杂质总量，并应
1353 规定系统适用性试验要求。一般采用杂质对照品与供试品的混合溶
1354 液，两者应显示清晰分离的斑点。

1355 书写格式举例如下。

1356 **例 1 水解产物** 取本品 2.5g，置 10ml 量瓶中，加甲醇溶解并稀
1357 释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；取甘露醇对照品适量，加水溶解
1358 并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液，作为对照品溶液（1）。

1359 另取甘露醇和果糖对照品适量，加水溶解并定量稀释制成每 1ml
1360 中含 0.1g 和 0.4mg 的混合溶液，作为对照品溶液（2）。

1361 分别吸取对照品溶液（1）、（2）和供试品溶液各 5 μ l，分别点
1362 于同一硅胶 G 薄层板上，每次点样要待干燥后再继续点，每个点的
1363 面积要基本相同，点样完毕后用显色剂（取对-茴香胺 1.23g 和邻苯二
1364 甲酸 1.66g，加甲醇 100ml 溶解，溶液存放在暗处并冷藏，如溶液褪
1365 色则失效）喷雾后，在 100 $^{\circ}$ C \pm 2 $^{\circ}$ C 加热 15 分钟，立即在阴暗背景下
1366 检视。

1367 供试品溶液的斑点不得深于对照品溶液（2）的斑点；对照品溶
1368 液（1）应显白色斑点，如果斑点变黑，即薄层板加热时间过长，需
1369 重试。

1370 （三氯蔗糖）

1371 **例 2 有关物质** 取本品适量，精密称定，加甲醇溶解并定量稀释
1372 制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液，作为供试品溶液；精密量取供试品溶液
1373 1ml，置 200ml 量瓶中，用甲醇稀释至刻度，作为对照溶液。

1374 照薄层色谱法（通则0502）试验，分别吸取供试品溶液和对照溶
1375 液各5 μ l，分别点于同一十八烷基硅烷键合硅胶薄层板（Whatman
1376 Partisil LKC₁₈F 板或效能相当的薄层板）上，以5%氯化钠溶液-乙腈
1377 （70:30）为展开剂，展距15cm，取出，晾干，喷以15% 硫酸甲醇溶
1378 液，在125℃加热10分钟，立即检视。

1379 供试品溶液如显杂质斑点，其颜色与对照溶液的主斑点比较，不
1380 得更深（0.5%）。

1381 （三氯蔗糖）

1382 9.5.2 高效液相色谱法

1383 可用于有机杂质或有关物质的检查，方法中应规定色谱条件与系
1384 统适用性，即对固定相、流动相、分离度、理论板数和检测器等作规
1385 定。

1386 通常采用紫外检测器，因各组分结构不同，在相同的检测波长下
1387 响应因子可能存在差异，因而“有关物质”检查时，一般不采用面积归
1388 一化法。

1389 方法中除已引用含量测定项下的色谱条件外，应明确给出色谱条
1390 件系统适用性试验的内容；方法中还应给出供试品溶液和对照溶液或
1391 对照品溶液的制备方法，检测灵敏度的选择以及色谱图的记录时间。
1392 如等度洗脱分离效果不好，可采用梯度洗脱。

1393 对于已知有机杂质的检查，宜采用杂质对照品外标法（例1）、
1394 加校正因子的自身对照法或不加校正因子的自身对照法，并在结果中
1395 给出所含杂质的限度。对于已知杂质与被测组分是同分异构体或与主
1396 成分校正因子在0.9-1.1范围的，可采用不加校正因子的自身对照法；
1397 校正因子不在0.9-1.1范围的，可采用加校正因子的自身对照法。

1398 校正因子 = （待测物浓度/待测物的峰面积或峰高）/（主成分的

1399 浓度/主成分的峰面积或峰高)

1400 如同时含有已知杂质和未知杂质,则可杂质对照品法与自身稀释
1401 对照法并用(例2)。

1402 书写格式举例如下。

1403 例1 有关物质 取本品约125mg,精密称定,置25ml量瓶中,
1404 加三氯甲烷-甲醇(2:1)溶解并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

1405 另取溶血磷脂酰乙醇胺、鞘磷脂、溶血磷脂酰胆碱与磷脂酰肌醇
1406 对照品各适量,精密称定,加三氯甲烷-甲醇(2:1)溶解并定量稀释
1407 制成每1ml约含溶血磷脂酰乙醇胺10 μ g、20 μ g、40 μ g、60 μ g、100 μ g,
1408 约含鞘磷脂50 μ g、100 μ g、200 μ g、300 μ g、400 μ g,约含溶血磷脂酰
1409 胆碱50 μ g、100 μ g、200 μ g、300 μ g、400 μ g,含磷脂酰肌醇10 μ g、20 μ g、
1410 60 μ g、100 μ g、200 μ g的溶液,作为对照品溶液。

1411 照磷脂酰胆碱和磷脂酰乙醇胺含量测定项下的色谱条件,精密量
1412 取对照品溶液20 μ l注入液相色谱仪,以对照品溶液浓度的对数值与
1413 相应峰面积的对数值计算回归方程。精密量取供试品溶液20 μ l注入
1414 液相色谱仪,用回归方程计算有关物质的含量。

1415 含磷脂酰肌醇(PI)不得过5.0%,溶血磷脂酰乙醇胺(LPE)不
1416 得过1%,鞘磷脂(SPM)不得过3.0%,溶血磷脂酰胆碱(LPC)不
1417 得过3.5%,溶血磷脂酰乙醇胺(LPE)和溶血磷脂酰胆碱(LPC)总
1418 量不得过4.0%,上述有关物质总量不得过8.0%。

1419 [蛋黄卵磷脂(供注射用)]

1420 例2 有关物质 取本品,加溶剂[1%冰醋酸-甲醇(40:60)]溶解
1421 并稀释制成每1ml中含1mg的溶液,作为供试品溶液。

1422 精密量取1ml,置100ml量瓶中,加溶剂稀释至刻度,摇匀,作
1423 为对照溶液。

1424 取对羟基苯甲酸对照品适量，精密称定，加溶剂溶解并定量稀释
1425 制成每 1ml 含 10 μ g 的溶液，作为对照品溶液。

1426 照高效液相色谱法（通则 0512）试验，用苯基硅烷键合硅胶为
1427 填充剂，流动相 A 为 1%冰醋酸，流动相 B 为甲醇；按下表进行梯度
1428 洗脱，检测波长为 254nm。

1429 称取羟苯丁酯与羟苯苄酯对照品各适量，加溶剂溶解并稀释制成
1430 每 1ml 各含 10 μ g 的混合溶液，作为系统适用性溶液，取 20 μ l 注入液
1431 相色谱仪，记录色谱图，羟苯丁酯与羟苯苄酯峰之间的分离度应不小
1432 于 3.0。取对照溶液 20 μ l 注入液相色谱仪，记录色谱图，主成分峰高
1433 的信噪比应大于 10。

1434 再精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各 20 μ l，分别注
1435 入液相色谱仪，记录色谱图。

1436 供试品溶液色谱图中如有与对羟基苯甲酸保留时间一致的色谱
1437 峰，按外标法以峰面积计算，含对羟基苯甲酸不得过 1.0%，其他单
1438 个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍（0.5%），其他各
1439 杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积（1.0%）。

| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|----------|----------|
| 0 | 40 | 60 |
| 17 | 40 | 60 |
| 40 | 0 | 100 |
| 45 | 0 | 100 |
| 46 | 40 | 60 |
| 52 | 40 | 60 |

1440

1441 （羟苯苄酯）

1442 9.5.3 气相色谱法

1443 主要用于挥发性有机杂质和残留溶剂的检查，方法中应规定色谱

1444 条件与系统适用性试验,如色谱柱类型、固定相种类、柱温、检测器、
1445 理论板数、拖尾因子、分离度等。

1446 可采用面积归一化法(例 1)、外标法(例 2)或内标法(例 3)。
1447 如采用顶空进样方式,应规定顶空加热温度、平衡时间等,当恒温条
1448 件下分离效果不好,可采用程序升温的方法(例 4)。

1449 书写格式举例如下。

1450 例 1 有关物质 取本品作为供试品溶液。

1451 照气相色谱法(通则 0521)试验,用 6%氰丙基苯基-94%二甲基
1452 硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱,起始温度为 90℃,维
1453 持 5 分钟,以每分钟 28℃的速率升温至 240℃,维持 2 分钟;进样口
1454 温度为 260℃,检测器温度为 280℃。

1455 取三氯甲烷、乙酸乙酯、乙酸异丁酯和乙酸丁酯(3: 1: 1: 1)
1456 混合溶液作为系统适用性溶液,取 1 μ l 注入气相色谱仪,记录色谱图,
1457 乙酸乙酯峰拖尾因子应不大于 1.5,且各峰的分离度应符合要求。

1458 取供试品溶液 1 μ l 注入气相色谱仪,记录色谱图。

1459 按面积归一化法计算,各杂质峰面积的总和不得大于主峰面积的
1460 0.2%。

1461 (乙酸乙酯)

1462 例 2 有关物质 取本品适量,精密称定,用无水乙醇定量稀释制
1463 成每 1ml 中约含 0.5g 的溶液,作为供试品溶液。

1464 另取一缩二乙二醇(二甘醇)、一缩二丙二醇、二缩三丙二醇与
1465 环氧丙烷对照品,精密称定,用无水乙醇稀释制成每 1ml 中各含 5 μ g、
1466 500 μ g、150 μ g 与 5 μ g 的混合溶液,作为对照品溶液。

1467 照气相色谱法(通则 0521)试验,以聚乙二醇 20M(或极性相近)
1468 为固定液的毛细管柱为色谱柱,起始温度为 80℃,维持 3 分钟,以

1469 每分钟 15℃ 的速率升温至 220℃, 维持 4 分钟; 进样口温度为 230℃;
1470 检测器温度为 250℃。各组分峰的分离度应符合要求。

1471 精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1μl, 分别注入气相色谱仪,
1472 按外标法以峰面积计算。

1473 含一缩二乙二醇(二甘醇)不得过 0.001%, 一缩二丙二醇不得
1474 过 0.1%, 二缩三丙二醇不得过 0.03%, 环氧丙烷不得过 0.001%。

1475 (丙二醇)

1476 例 3 有关物质 取本品 5.0g, 精密称定, 置 10ml 量瓶中, 精密
1477 加内标溶液(取二苯甲烷适量, 加丙酮稀释制成每 1ml 中含 1.25mg
1478 的溶液) 1ml, 用丙酮稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

1479 另取本品 50.0mg, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 精密加内标溶
1480 液 10ml, 用丙酮稀释至刻度, 摇匀, 作为对照溶液。

1481 取二甲基砷对照品 50.0mg, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 精密
1482 加内标溶液 10ml, 用丙酮稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。

1483 照气相色谱法(通则 0521) 试验, 以聚乙二醇 20M(或极性相
1484 似) 为固定液的毛细管柱为色谱柱, 柱温为 150℃, 进样口温度为
1485 230℃, 检测器温度为 250℃, 分流比为 20:1。

1486 精密量取对照品溶液 2μl 注入气相色谱仪, 记录色谱图, 理论板
1487 数按二甲基砷峰计算, 应不低于 5000。

1488 精密量取供试品溶液及对照溶液各 2μl 注入气相色谱仪, 记录色
1489 谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

1490 供试品溶液如显二甲基砷峰, 其与二苯甲烷峰面积的比值, 不得
1491 大于对照品溶液中二甲基砷与二苯甲烷峰面积的比值(0.1%), 所有
1492 杂质峰面积的和(除主峰及内标峰) 与二苯甲烷峰面积的比值不得大
1493 于对照溶液中二甲基亚砷与二苯甲烷峰面积的比值(0.1%)。

1494 (二甲基亚砷)

1495 例 4 有关物质 取本品约 10g, 精密称定, 置 25ml 量瓶中, 精密
1496 加入内标溶液 (每 1ml 中含 0.5mg 正己醇的甲醇溶液) 5ml, 用甲醇
1497 溶解并稀释至刻度, 作为供试品溶液。

1498 取二甘醇、乙二醇与 1,2-丙二醇适量, 精密称定, 用甲醇溶解并
1499 稀释制成每 1ml 中含二甘醇、乙二醇与 1,2-丙二醇各 0.5mg 的溶液,
1500 精密量取 5ml, 置 25ml 量瓶中, 精密加入内标溶液 5ml, 用甲醇稀
1501 释至刻度, 作为对照品溶液。

1502 另取二甘醇、乙二醇、1,2-丙二醇、正己醇与甘油适量, 精密称
1503 定, 用甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含甘油 400mg, 二甘醇、乙二醇、
1504 1,2-丙二醇与正己醇各 0.1mg 的溶液, 作为系统适用性溶液。

1505 照气相色谱法 (通则 0521), 用 6% 氰丙基苯基-94% 二甲基聚硅
1506 氧烷 (或极性相近) 为固定液的毛细管柱, 程序升温, 起始温度为
1507 100℃, 维持 4 分钟, 以每分钟 50℃ 的速率升温至 120℃, 维持 10 分
1508 钟, 再以每分钟 50℃ 的速率升温至 220℃, 维持 20 分钟; 进样口温
1509 度为 200℃, 检测器温度为 250℃, 色谱图记录时间至少为主峰保留
1510 时间的两倍。

1511 取系统适用性试验溶液 1 μ l, 注入气相色谱仪, 记录色谱图, 各
1512 组分色谱峰的分度应符合要求。取对照品溶液重复进样, 二甘醇、
1513 乙二醇和 1,2-丙二醇峰面积与内标峰面积比值的相对标准偏差均不
1514 得大于 5%。

1515 精密量取供试品溶液和对照品溶液各 1 μ l, 注入气相色谱仪, 记
1516 录色谱图, 按内标法以峰面积计算, 供试品中含二甘醇、乙二醇均不
1517 得过 0.025%; 含 1,2-丙二醇不得过 0.1%; 如有其他杂质峰, 扣除内
1518 标峰按面积归一化法计算, 单个未知杂质不得过 0.1%; 杂质总量 (包

1519 含二甘醇、乙二醇和 1,2-丙二醇) 不得过 0.5%。

1520 [甘油 (供注射用)]

1521 9.5.4 紫外-可见分光光度法

1522 取供试品, 加溶剂制成一定浓度的溶液后, 选用在该药用辅料无
1523 吸收的波长范围或波长处测定吸光度, 要求不超过某一限值, 以控制
1524 杂质含量(例 1); 或与对照品溶液的吸光度比较, 满足一定要求(例
1525 2); 或通过测定透光率控制杂质含量(例 3); 有些供试品在紫外
1526 - 可见区没有强吸收或在紫外区虽有吸收但为了避免干扰或提高灵
1527 敏度, 可加入适当的显色剂显色后测定(例 4)。

1528 在采用本方法时, 应尽量减少使用有机溶剂, 尤其应避免使用有
1529 毒害作用的溶剂。

1530 书写格式举例如下。

1531 例 1 苯基化合物 取本品 5.0g, 置具塞试管中, 精密加环己烷
1532 10ml, 振摇使溶解, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 250
1533 ~270nm 的波长范围内测定吸光度, 不得过 0.2。

1534 (二甲硅油)

1535 例 2 多环芳香烃 取本品 1.0g, 置分液漏斗中, 加正己烷 50ml
1536 溶解, 加二甲基亚砷振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并下层液, 加正
1537 己烷 20ml, 振摇 1 分钟, 取下层液, 置 50ml 量瓶中, 加二甲基亚砷
1538 稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

1539 取二甲基亚砷 10ml 与正己烷 25ml, 振摇, 分层, 取下层液作为
1540 空白溶液。

1541 另取萘对照品适量, 用空白溶液制成每 1ml 中含 6 μ g 的溶液作为
1542 对照品溶液。

1543 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 取供试品溶液在

1544 260~420nm 范围内测定吸光度,其最大值不得过对照品溶液在 278nm
1545 波长处的吸光度值。

1546 (白凡士林)

1547 例 3 透光率 取本品 7.5g,加水 105g,加盖,放置 1~4 小时,在
1548 65°C±2°C 的水浴中加热 15 分钟,充分搅拌使供试品溶散均匀,制成
1549 6.67%的供试胶液,冷却至 45°C,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)
1550 分别在 450nm 和 620nm 的波长处测定透光率,分别不得低于 50%和
1551 70%。

1552 (胶囊用明胶)

1553 例 4 醛与还原性物质 取本品 1.0g,置 50ml 量瓶中,加水 25ml
1554 溶解,加入 10%盐酸甲基苯并噻唑酮脲溶液(用 0.02mol/L 氢氧化钠
1555 溶液调节 pH 值至 4.0。临用新制) 2ml,静置 30 分钟,加新配制的
1556 0.5%三氯化铁溶液 5ml,摇匀,静置 5 分钟,加甲醇稀释至刻度,摇
1557 匀。照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 655nm 的波长处测定
1558 吸光度,供试品溶液的吸光度不得大于对照品溶液[每 1ml 含甲醛
1559 (CH₂O) 5.0μg]2.0ml 同法处理后的吸光度。

1560 (甘油)

1561 9.5.5 核磁共振法

1562 书写格式举例如下。

1563 例 氧乙烯 取本品 0.1~0.2g,用含 1% 4, 4-二甲基-4-硅杂戊磺
1564 酸钠的氘代水 1ml 或者含四甲基硅烷的氘代三氯甲烷 1ml 溶解;将样
1565 品溶液装入核磁共振管中,如果是氘代三氯甲烷为溶剂,加氘代水
1566 1 滴,振摇,在核磁共振仪中,从 0 到 5×10^{-6} 扫描,以直接比较法定
1567 量,按下式计算氧乙烯(EO)值:

1568
$$EO = 3300\alpha / (33\alpha + 58)$$

1569 式中 $\alpha = (A_2/A_1) - 1$

1570 A_1 为 1.15×10^{-6} 处双峰的积分面积，代表氧丙烯的甲基；

1571 A_2 为 $(3.2 \sim 3.8) \times 10^{-6}$ 处复合峰的积分面积，代表氧丙烯、氧乙
1572 烯的 CH_2O 和氧丙烯的 CHO ；

1573 EO 为氧乙烯在整个分子组成中所占的比例，应为 79.9%~
1574 83.7%。

1575 （泊洛沙姆 188）

1576 9.5.6 X 射线衍射法

1577 书写格式举例如下。

1578 例 石棉 取本品，置载样架中，压实，照 X 射线衍射法（通则
1579 0451 第二法）测定，以 Cu 为阳极靶， K_{α} 线为特征 X 射线，管电压为
1580 40kV，管电流为 40mA，采用连续扫描方式，分别在衍射角（ 2θ ）
1581 $10^\circ \sim 13^\circ$ 与 $24^\circ \sim 26^\circ$ 的范围内，扫描步长为 0.02° ，记录衍射图谱。若
1582 供试品在衍射角（ 2θ ） $10.5^\circ \pm 0.1^\circ$ 处出现角闪石的特征峰，或在衍射
1583 角（ 2θ ） $12.1^\circ \pm 0.1^\circ$ 与 $24.3^\circ \pm 0.1^\circ$ 处出现蛇纹石特征峰，将供试品置光
1584 学显微镜下观察（通则 2001），不得出现长宽比大于 20 或长度超过
1585 $5\mu\text{m}$ 的细针状纤维；或不得出现以下情况中的 2 项及以上：（1）成
1586 束状的平行纤维；（2）纤维束末端呈发散性；（3）薄针状纤维；（4）
1587 由单个纤维缠绕而成的团块或弯曲状纤维。

1588 （滑石粉）

1589 9.5.7 容量分析法

1590 通常以待检测杂质作为项目名称。根据容量分析法原理可采用氧
1591 化还原滴定法（例 1）、酸碱滴定法（例 2）、络合滴定法（例 3）。

1592 书写格式举例如下。

1593 例 1 氧化物质 取本品 4.0g，置具塞锥形瓶中，加水 50.0ml，密

1594 塞，振摇 5 分钟，转入具塞离心管中，离心至澄清，取上清液 30.0ml，
1595 置碘量瓶中，加冰醋酸 1ml 与碘化钾 1.0g，密塞，摇匀，置暗处放置
1596 30 分钟，加淀粉指示液 1ml，用硫代硫酸钠滴定液（0.002mol/L）滴
1597 定至蓝色消失，并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 硫代硫酸钠
1598 滴定液（0.002mol/L）相当于 34 μ g 的氧化物质（以过氧化氢 H₂O₂ 计），
1599 消耗的硫代硫酸钠滴定液（0.002mol/L）不得过 1.4ml（0.002%）。

1600 （小麦淀粉）

1601 例 2 脂肪酸与脂类 取本品 40.0g，加新沸放冷的水 40ml，再精
1602 密加氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）10ml，摇匀后，煮沸 5 分钟，放冷，
1603 加酚酞指示液数滴，用盐酸滴定液（0.1mol/L）滴定至红色消失，并
1604 将滴定的结果用空白试验校正。消耗的氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）
1605 不得过 4.0ml。

1606 （甘油）

1607 例 3 碱土金属 取本品 1g，精密称定，加异丙醇 100ml，搅拌均
1608 匀后加水 600ml，高速搅拌（400r/min）至样品溶解，加 30% 三乙醇胺溶
1609 液与 10% 氢氧化钠溶液各 25ml，精密加入乙二胺四醋酸二钠滴定液
1610 （0.01mol/L）25ml，继续搅拌 15 分钟，加羟基萘酚蓝（二钠盐）指示
1611 剂约 1 g，用硝酸钙滴定液（1ml 硝酸钙滴定液（0.01mol/L）相当于
1612 0.5608mg 的 CaO。含碱土金属（以 CaO 计）不得过 1.0%。

1613 （聚氧乙烯）

1614 9.5.8 比色法

1615 利用待测杂质特有的显色反应进行杂质限度检查。可与杂质对照
1616 品溶液进行比较，规定杂质限度（例 1），杂质对照品溶液需要标定的
1617 应予详述（例 2）。

1618 书写格式举例如下。

1619 例 1 乙醛 取本品 3.0g, 置 250ml 具塞锥形瓶中, 加水 10ml, 密
1620 塞, 搅拌 1 小时。静置 24 小时后, 滤过, 用水稀释至 100ml, 摇匀,
1621 精密量取 5ml, 置 25ml 量瓶中, 加 0.05% 甲基苯并噻唑酮脲盐酸盐
1622 溶液 5ml, 置 60℃ 水浴加热 5 分钟, 加三氯化铁-氨基磺酸溶液 (取
1623 三氯化铁与氨基磺酸各 1g, 加水 100ml 溶解, 即得) 2ml, 60℃ 水浴
1624 继续加热 5 分钟, 冷却, 用水稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

1625 另精密量取乙醛对照品溶液 (精密称取乙醛 1.0g, 加水稀释至
1626 100ml, 摇匀, 精密量取 5ml, 置 500ml 量瓶中, 用水稀至刻度, 摇
1627 匀, 精密量取 3ml, 置 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 即得。
1628 如显色, 供试品溶液所显颜色不得深于对照品溶液 (0.01%)。

1629 (乙基纤维素)

1630 例 2 乙二醛 取本品 1.0g, 置具塞试管中, 精密加入无水乙醇
1631 10ml, 密塞, 磁力搅拌 30 分钟, 离心, 取上清液 2.0 ml, 加入 0.4%
1632 的甲基苯并噻唑酮脲盐酸盐的 80% 冰醋酸溶液 5.0ml, 摇匀, 静置 2
1633 小时, 溶液所显颜色与用乙二醛对照溶液 (取经标定的乙二醛溶液适
1634 量, 用无水乙醇稀释制成每 1ml 中含 $C_2H_2O_2$ 2 μ g 的对照溶液) 2.0ml
1635 代替上清液同法制得的对照溶液比较, 不得更深 (0.002%)。

1636 乙二醛溶液的标定 取 40% 乙二醛溶液 1.0g, 精密称定, 加入
1637 7% 盐酸羟胺溶液 20ml 与水 50ml, 摇匀, 静置 30 分钟, 加入甲基红
1638 混合指示剂 (0.1% 甲基红-0.05% 亚甲蓝乙醇溶液) 1ml, 用氢氧化钠
1639 滴定液 (1mol/L) 滴定至红色变绿色, 并将滴定结果用空白试验校正。
1640 每 1ml 氢氧化钠滴定液 (1mol/L) 相当于乙二醛 ($C_2H_2O_2$) 29.02mg。

1641 (羟乙纤维素)

1642 9.5.9 显色反应

1643 利用待测杂质特有的呈色反应而进行检查。

1644 书写格式举例如下。

1645 例 水溶性酚类 取本品 1ml, 加热水 20ml, 振摇, 放冷, 用水湿
1646 润的滤纸滤过, 滤液中加三氯化铁试液 1 滴, 除显易消失的灰绿色外,
1647 不得显蓝色或紫色。

1648 (丁香茎叶油)

1649 9.5.10 比浊法

1650 利用待检杂质与加入的试剂形成沉淀或出现浑浊而进行检查, 通
1651 常采用杂质的名称命名检查项(例 1); 或可利用杂质的物理化学性
1652 质进行检查(例 2)。

1653 书写格式举例如下。

1654 例 1 还原糖 取本品 0.50g, 置具塞比色管中, 加水 2.0ml 使溶解,
1655 加入碱性酒石酸铜试液 1.0ml, 密塞, 水浴加热 5 分钟, 放冷, 溶液
1656 的浊度与用每 1ml 含 0.5mg 葡萄糖溶液 2.0ml 同法制得的对照溶液比
1657 较, 不得更浓(含还原糖以葡萄糖计, 不得过 0.2%)。

1658 (木糖醇)

1659 例 2 地蜡、石蜡与其他蜡类物质 取本品 3.0g, 置 100ml 具塞圆
1660 底烧瓶中, 加 4% 氢氧化钾乙醇溶液 30ml, 加热回流 2 小时, 取出,
1661 插入温度计, 立即将烧瓶置于 80℃ 热水中。在水温下降过程中不断
1662 旋转烧瓶, 观察烧瓶中溶液的状态, 当溶液温度降至 65℃ 时, 不得
1663 出现大量浑浊或液滴。

1664 (白蜂蜡)

1665 9.5.11 重量法

1666 方法中应明确取样量、操作方法及重量的限度。可采用干燥法
1667 (例 1)、炽灼法(例 2)及其他方法(例 3)。

1668 书写格式举例如下。

1669 例 1 未酯化醇 取本品约 10g, 精密称定, 加水 100ml 溶解后,
1670 加乙醇 100ml, 用正己烷提取 3 次, 每次 50ml, 必要时加氯化钠以助
1671 分层, 合并正己烷层, 用水洗涤 3 次, 每次 50ml, 再用无水硫酸钠
1672 脱水, 滤过, 滤液在水浴上蒸干后, 在 105℃干燥 30 分钟, 放冷,
1673 称重。遗留残渣重量百分比即为未酯化醇含量, 不得过 4.0%。

1674 (十二烷基硫酸钠)

1675 例 2 异性有机物与炽灼残渣 取本品 2.0g, 置 550℃炽灼至恒重
1676 的坩埚中, 用直火加热, 应无辛臭; 再炽灼(通则 0841), 遗留残
1677 渣不得过 1mg (0.05%)。

1678 (白凡士林)

1679 例 3 杂质 取本品 250g, 平铺, 肉眼或放大镜(5~10 倍)观察,
1680 将杂质拣出, 杂质不得过 1.0%。

1681 (琼脂)

1682 9.5.12 易炭化物

1683 检查辅料中所含遇硫酸易炭化或氧化而呈色的杂质, 可采用比色
1684 法。操作中如需经过加热处理, 则应给出温度与加热时间。

1685 书写格式举例如下。

1686 例 易炭化物 取本品 1.0g, 置比色管中, 加硫酸 10ml, 在
1687 90℃±1℃加热 1 小时, 立即放冷, 如显色, 与对照液(取比色用氯化
1688 钴液 0.9ml、比色用重铬酸钾液 8.9ml 与比色用硫酸铜液 0.2ml 混匀)
1689 比较, 不得更深。

1690 (无水枸橼酸)

1691 9.5.13 ××中溶解物

1692 利用某些杂质在特定溶剂中的溶解性能, 通过蒸发称重, 进行杂
1693 质检查。根据溶剂种类, 可分为水中溶解物、酸中溶解物和有机溶剂

1694 溶解物。

1695 书写格式举例如下。

1696 例 己烷可溶物 取本品 1g (按干燥品计), 精密称定, 置 100ml
1697 烧杯中, 加入 85%乙醇 50ml, 用磁力搅拌器搅拌, 并加热至 30℃,
1698 使样品完全溶解。将供试品溶液转移至 250ml 分液漏斗中, 加入正己
1699 烷 100ml, 缓慢振摇混合后静置使分层, 将上层 (正己烷层) 转移至
1700 已在 80℃干燥至恒重的烧杯中, 将下层 (乙醇层) 倾出置另一分液
1701 漏斗中, 再加入正己烷 100ml 提取, 重复该提取过程 6 次。将正己烷
1702 提取液合并蒸干, 80℃干燥至恒重, 遗留残渣不得过 12.5%。

1703 (玉米朊)

1704 9.5.14 不挥发物

1705 书写格式举例如下。

1706 例 不挥发物 取本品 20.0ml, 置已恒重的蒸发皿中, 于水浴上蒸
1707 干后, 在 105℃干燥 1 小时, 遗留残渣不得过 0.6mg。

1708 (乙酸乙酯)

1709 9.5.15 过氧化物

1710 可采用仪器法 (例 1)、显色反应 (例 2)。

1711 书写格式举例如下。

1712 例 1 过氧化物 取本品 4.0g (按无水物计算), 加水 100ml 搅拌
1713 使成均匀混悬液, 作为贮备液。精密量取贮备液 25ml, 加三氯化钛-
1714 硫酸溶液 2.0ml, 摇匀, 放置 30 分钟, 作为供试品溶液; 另精密量取
1715 贮备液 25ml, 加硫酸溶液 (13→100) 2.0ml, 摇匀, 放置 30 分钟,
1716 作为空白溶液。照紫外-可见分光光度法 (通则 0401), 在 405nm 的
1717 波长处测定吸光度, 不得过 0.35 (相当于 0.04%的 H₂O₂)。

1718 (交联聚维酮)

1719 例 2 过氧化物 取本品 10g, 置 250ml 具塞烧瓶中, 加水 140ml,
1720 放置 2 小时, 在 50℃的水浴中加热迅速溶解, 立即冷却, 加硫酸溶
1721 液 (1→5) 6ml, 碘化钾 0.2g, 1%淀粉溶液 2ml 与 0.5%钼酸铵溶液
1722 1ml, 密塞, 摇匀, 置暗处放置 10 分钟, 溶液不得显蓝色。另取水 140ml,
1723 同法操作, 溶液不得显蓝色。

1724 (胶囊用明胶)

1725 9.5.16 不皂化物

1726 多作为植物油类药用辅料的杂质检查项。

1727 书写格式举例如下。

1728 例 不皂化物 取本品 5.0g, 依法测定 (通则 0713), 不皂化物
1729 不得过 1.5%。

1730 (玉米油)

1731 9.5.17 ××中不溶物

1732 药用辅料中存在的在某些溶剂中不能溶解的杂质, 根据溶剂种类
1733 可分为水中不溶物 (例 1)、酸中不溶物 (例 2) 和有机溶剂中不溶
1734 物 (例 3)。

1735 书写格式举例如下。

1736 例 1 水中不溶物 取本品 20.0g, 加热水 100ml 使溶解, 用经 105℃
1737 干燥至恒重的 4 号垂熔坩埚滤过, 沉淀用热水 200ml 分 10 次洗涤,
1738 在 105℃干燥 2 小时, 遗留残渣不得过 10mg (0.05%)。

1739 (无水磷酸氢二钠)

1740 例 2 盐酸中不溶物 取本品约 5.0g, 精密称定, 加盐酸 10ml 与
1741 水 40ml, 加热溶解后, 用水稀释至 100ml, 如有不溶物, 滤过, 滤渣
1742 用水洗净, 至洗液不显氯化物的反应, 在 105℃干燥 1 小时, 遗留残
1743 渣不得过 5mg。

1744 (无水磷酸氢钙)

1745 例 3 丙酮不溶物 取本品 1.0g, 精密称定, 加丙酮约 15ml, 搅拌
1746 使其溶解后, 用 G4 垂熔玻璃坩埚滤过, 残渣用丙酮洗涤, 洗至丙酮
1747 几乎无色。残渣在 105℃干燥至恒重, 不溶物不得少于 90.0%。

1748 (大豆磷脂)

1749 9.5.18 外来物质

1750 检查辅料生产过程中污染的外来杂质。可采用显微镜法(例 1)、
1751 重量法(例 2)。

1752 书写格式举例如下。

1753 例 1 外来物质 取本品, 用甘油醋酸试液装片(通则 2001), 在
1754 显微镜下观察, 不得有非淀粉颗粒, 不得有其他品种的淀粉颗粒。

1755 (马铃薯淀粉)

1756 例 2 外来物质 取本品 2.0g, 置 250ml 圆底烧瓶中, 加甲醇 95ml
1757 涡旋以湿润样品, 加盐酸溶液(25→100) 60ml, 加玻璃珠数粒, 置
1758 水浴加热回流 3 小时, 取出玻璃珠, 将样品溶液趁热用已恒重的 G4
1759 垂熔漏斗减压滤过, 用少量水冲洗圆底烧瓶, 滤过, 再用甲醇 40ml
1760 分次洗涤残渣, 在 110℃干燥至恒重, 遗留残渣不得过 1.0%。

1761 (西黄蓍胶)

1762 9.5.19 还原性物质

1763 检查药用辅料中具有还原性的杂质, 可采用重量法(例 1)、比
1764 色法(例 2)。

1765 书写格式举例如下。

1766 例 1 还原糖 取本品 10.0g, 加水 100.0ml, 振摇 15 分钟, 放置
1767 12 小时, 用 G4 玻璃垂熔坩埚滤过, 取续滤液 50.0ml, 加碱性酒石酸
1768 铜试液 50ml, 煮沸 2 分钟, 用 105℃恒重的 G4 玻璃垂熔坩埚滤过,

1769 沉淀物用水洗涤直至洗液呈中性,再分别用乙醇和乙醚各 60ml 洗涤,
1770 在 105℃干燥至恒重。马铃薯淀粉来源:遗留残渣不得过 0.15g;其
1771 他淀粉来源:遗留残渣不得过 0.25g。

1772 (可溶性淀粉)

1773 例 2 还原性物质 取本品 5.0g,加新沸放冷的水溶解并稀释至
1774 50ml,摇匀,量取 5.0ml,加稀硫酸 5ml 与高锰酸钾滴定液(0.02mol/L)
1775 0.25ml,在水浴加热 5 分钟,溶液的紫红色不得消失。

1776 (无水磷酸氢二钠)

1777 9.5.20 氧化性物质

1778 检查药用辅料中具有氧化性的杂质,多采用滴定法。

1779 书写格式举例如下。

1780 例 氧化性物质 取本品 5.0ml,置碘量瓶中,加碘化钾试液 1.5ml
1781 与稀硫酸 2ml,密塞,在暗处放置 15 分钟,加淀粉指示液 2ml,如显
1782 蓝色,用硫代硫酸钠滴定液(0.005mol/L)滴定至蓝色消失,并将滴
1783 定的结果用空白试验校正,消耗硫代硫酸钠滴定液(0.005mol/L)的
1784 体积不得过 0.2ml。

1785 (丙二醇)

1786 9.5.21 含氮量

1787 含氮量用于含氮有机药用辅料作为含量测定的补充或用于含氮
1788 杂质的控制。根据辅料含氮量可选择通则 0704 第一法、第二法或第
1789 三法(例 1、例 2、例 3)。

1790 书写格式举例如下。

1791 例 1 含氮量 取本品约 50mg,精密称定,依法测定(通则 0704
1792 第一法),按干燥品计算,含氮量应为 50.2%~53.4%。

1793 (腺嘌呤)

1794 例 2 含氮量 取本品约 0.1g, 精密称定, 照氮测定法 (通则 0704
1795 第二法或第三法) 测定, 按干燥品计算, 含氮量不得过 1.5%。
1796 (黄原胶)

1797 例 3 含氮量 取本品约 0.35g, 精密称定, 照氮测定法 (通则 0704
1798 第一法或第三法) 测定, 计算, 即得。
1799 (共聚维酮)

1800 9.5.22 残留溶剂

1801 《中国药典》药用辅料品种正文中的残留溶剂, 详见《中国药典》
1802 药用辅料标准与 ICH Q3C 协调方案 (附件 2)。

1803 9.6 干燥失重

1804 干燥失重系指药用辅料在规定的条件下进行干燥, 测定药用辅料
1805 在干燥过程中失去的吸附水、结晶水和挥发性物质的总量。

1806 在干燥失重测定中, 使用烘箱的, 应注明烘箱的温度 (例 1);
1807 用干燥器的, 应注明所用的干燥剂 (例 2); 用减压干燥的, 除注明
1808 干燥剂外, 还应写明“减压干燥” (例 3); 恒温减压干燥的, 则应注
1809 明干燥剂与温度 (例 4), 必要时可以加注压力; 一般均应按照《中
1810 国药典》四部通则干燥至恒重, 也可在标准中规定干燥时间而不采用
1811 恒重的方法 (例 5); 操作中有特殊要求的, 应加注条件 (例 6);
1812 供试品的取用量, 《中国药典》四部通则规定为约 1 g, 所以标准中
1813 可不再作规定, 有特殊要求的, 应在标准中注明取用量 (例 7)。对
1814 于某些药用辅料, 要求同时控制“干燥失重”与“炽灼失重” (例 8)。

1815 方法的选择, 应根据药用辅料的热稳定性及其物理性质而定。

1816 书写格式举例如下。

1817 例 1 干燥失重 取本品, 在 130℃干燥至恒重, 减失重量不得过
1818 1.0% (通则 0831)。

1819 (无水磷酸氢二钠)

1820 例 2 干燥失重 取本品 1g, 置硅胶干燥器中放置 5 小时, 减失重
1821 量不得过 0.5% (通则 0831)。

1822 (硼酸)

1823 例 3 干燥失重 取本品, 置五氧化二磷干燥器中, 减压干燥 18
1824 小时, 减失重量不得过 0.5% (通则 0831)。

1825 (烟酰胺)

1826 例 4 干燥失重 取本品, 在 80℃干燥 2 小时, 减失重量不得过
1827 1.0% (通则 0831)。

1828 (乳糖)

1829 例 5 干燥失重 取本品, 在 105℃干燥 2 小时, 减失重量不得过
1830 3.0% (通则 0831)。

1831 (乙基纤维素)

1832 例 6 干燥失重 取本品 1g, 精密称定, 置水浴上蒸发至干, 再在
1833 110℃干燥 3 小时, 减失重量应为 68.5%~71.5% (通则 0831)。

1834 (丙烯酸乙酯-甲基丙烯酸甲酯共聚物水分散体)

1835 例 7 干燥失重 取本品 5ml, 加已恒重的 20~30 目砂 10g, 搅匀,
1836 精密称定, 在 60℃干燥至恒重, 减失重量不得过 71.0% (通则 0831)。

1837 (乙基纤维素水分散体)

1838 例 8 干燥失重 取本品, 在 105℃干燥 3 小时, 减失重量不得过
1839 0.5% (通则 0831)。

1840 炽灼失重 取干燥品约 2g, 精密称定, 在约 800℃炽灼至恒重,
1841 减失重量不得过 0.5%。

1842 (二氧化钛)

1843 9.7 水分

1844 水分系指药用辅料中的吸附水和结晶水的总和,但不包括其他挥
1845 发性物质。在水分测定中,应注明《中国药典》四部通则中的第×法。

1846 书写格式举例如下。

1847 例 水分 取本品1.0g,照水分测定法(通则0832第一法1)测定,
1848 含水分不得过2.0%。

1849 (聚氧乙烯油酸酯)

1850 9.8 炽灼残渣或灰分

1851 炽灼残渣系指硫酸化灰分,以转化成硫酸盐的重量计算,用以考
1852 查有机辅料中混入的各种无机杂质,属于纯度检查。测定中,参照通
1853 则测定的应注明(例1);有特殊处理要求的,应在方法中进行描述
1854 (例2);不同规格的同种药用辅料有不同限度要求的,应在方法中
1855 注明(例3)。

1856 检查中,如在供试品炭化后,不经加硫酸处理,而继续灰化至完
1857 全的,称“灰分”或“总灰分”。参照《中国药典》四部通则测定的应
1858 注明(例4);有特殊处理要求的,应在方法中进行描述(例5)。

1859 书写格式举例如下。

1860 例 1 炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣
1861 不得过 0.2%。

1862 [丙交酯乙交酯共聚物(5050)(供注射用)]

1863 例 2 炽灼残渣 取本品 20.0g,加热至自燃,停止加热,待燃烧
1864 完毕,放冷,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 2mg。

1865 (甘油)

1866 例 3 炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣
1867 分别不得过 2.0%(透明)、3.0%(半透明)与 5.0%(不透明)。

1868 (明胶空心胶囊)

1869 例 4 总灰分 不得过 4.0% (通则 2302)。

1870 (阿拉伯胶)

1871 例 5 灰分 取本品 1.0g, 依法检查 (通则 2302), 炽灼温度为
1872 650℃±25℃, 遗留残渣不得过 5.0%。

1873 (琼脂)

1874 9.9 元素杂质

1875 药用辅料中的元素杂质是药品元素杂质的重要来源之一, 《中国
1876 药典》药用辅料品种正文中的元素杂质(包括重金属、特定元素杂质),
1877 详见《中国药典》药用辅料标准与ICH Q3D协调方案(附件3)。

1878 9.9.1 钾或钠盐

1879 钾盐可采用比浊法(例 1)或原子吸收分光光度法; 钠盐可采用
1880 原子吸收分光光度法(例 2)。选用方法时, 要考虑检出灵敏度和干
1881 扰因素的排除。

1882 书写格式举例如下。

1883 例 1 钾盐 取本品 0.10g, 用水溶解并稀释至 40ml, 取上述溶液
1884 4.0ml, 加稀醋酸 1ml, 混匀, 加四苯硼钠溶液(取四苯硼钠 1g, 加
1885 水 30ml 使溶解, 过滤后使用) 5.0ml, 立即振摇, 放置 10 分钟, 如
1886 显浑浊, 与对照溶液(精密称取氯化钾 9.5mg, 用水溶解并稀释至
1887 1000ml, 取上述溶液 4.0ml 加稀醋酸 1ml, 混匀后, 同法操作)比较,
1888 不得更深(0.2%)。

1889 (氢氧化钠)

1890 例 2 钠盐 取本品 1.0g, 置 100ml 量瓶中, 加水溶解并稀释至刻
1891 度, 摇匀, 作为供试品溶液。

1892 另取 120℃干燥 2 小时后的基准氯化钠 0.509g(相当于钠 0.2g),
1893 加水溶解并稀释制成每 1ml 中分别含钠 0.5μg、1.0μg、1.5μg、2.0μg

1894 的对照品溶液。

1895 照原子吸收分光光度法（通则 0406 第一法），在 589.0nm 的波
1896 长处测定，以水为空白溶液，按多点工作曲线法，计算，含钠不得过
1897 0.10%。

1898 （硝酸钾）

1899 9.9.2 碱土金属盐

1900 根据辅料的性质，可采用炽灼法（例 1）、原子吸收分光光度法
1901 （例 2）等测定。

1902 书写格式举例如下。

1903 例 1 碱金属与碱土金属盐 取本品 1.0g，加水 150ml 溶解后，煮
1904 沸，滴加甲基红指示液 2 滴，加氨试液使溶液呈明显黄色，加热水稀
1905 释至 150ml。趁热滤过，取续滤液 75ml 蒸干，于 600℃ 炽灼至恒重，
1906 残留物不得过 2mg（0.4%）。

1907 （硫酸铝）

1908 例 2 钙 精密量取含量测定项下的供试品贮备液 5ml，置 20ml
1909 量瓶中，用混合溶液（取盐酸 10ml 和 8.9%氯化镧溶液 10ml，加水
1910 至 100ml）稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。

1911 同法制备空白溶液。

1912 另精密量取标准钙溶液适量，用水稀释制成每 1ml 中含钙 100μg
1913 的溶液，精密量取适量，用混合溶液稀释制成每 1ml 中含钙 1~5μg
1914 的系列对照品溶液。

1915 取空白溶液、供试品溶液和对照品溶液，照原子吸收分光光度法
1916 （通则 0406 第一法），在 422.7nm 的波长处测定，计算，即得。含
1917 钙不得过 0.9%。

1918 （滑石粉）

1919 9.9.3 铜、锌、镍、镉或铅盐

1920 一般采用比色法或原子吸收分光光度法进行检查。原子吸收分光
1921 光度法中不同品种可采用外标法（例 1）、标准曲线法（例 2）和标
1922 准加入法（例 3）。也可采用电感耦合等离子体质谱法进行检查（例
1923 4）。

1924 书写格式举例如下。

1925 例 1 锌 取本品约 10.0g，精密称定，置 250ml 锥形瓶中，加水
1926 25ml，振摇使大部分溶解，缓缓加入盐酸 15ml，加热至沸腾，冷却，
1927 用水定量转移至 100ml 量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，精密量取适量，
1928 用水定量稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液，作为供试品溶液。

1929 精密量取锌单元素标准溶液（每 1ml 中含 Zn1000 μ g）5ml，置
1930 200ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取 2ml，置 100ml 量
1931 瓶中，加盐酸 3ml，用水稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。

1932 分别取供试品溶液和对照品溶液，照原子吸收分光光度法（通则
1933 0406），在 213.9nm 的波长处分别测定，供试品溶液的吸光度不得大
1934 于对照品溶液的吸光度（0.0025%）。

1935 （无水亚硫酸钠）

1936 例 2 镍 取本品 0.5g，精密称定，加硝酸 10ml 消解，将消解液
1937 用水转移至 25ml 量瓶中，加 0.04mol/L 硝酸镁溶液与 0.87mol/L 磷酸
1938 二氢铵溶液各 1ml，用水稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。

1939 同法制备试剂空白溶液。

1940 另取标准镍溶液适量，用 0.5%硝酸溶液定量稀释制成每 1L 中分
1941 别含 0、5、10、20 与 40 μ g 的溶液，作为对照品溶液。

1942 照原子吸收分光光度法（通则 0406 第一法），在 232.0nm 波长
1943 处分别测定，计算，含镍不得过 0.0005%。

1944 (氢化蓖麻油)

1945 例3 镍 取**标准**镍溶液适量,用水稀释制成每1ml中含0.1 μ g的
1946 溶液,作为对照品溶液;取本品5.0g,精密称定,置坩埚中,缓缓加
1947 热至炭化完全,在600 $^{\circ}$ C灼烧至成白色灰状物,放冷,加稀盐酸4ml
1948 溶解并定量转移至25ml量瓶中,加硝酸0.3ml,用水稀释至刻度,摇
1949 匀,作为供试品溶液。

1950 精密量取对照品溶液0ml、1.0ml、2.0ml、3.0ml,分别置10ml
1951 量瓶中,精密加供试品溶液2.0ml,用水稀释至刻度,摇匀。

1952 取上述各溶液,照原子吸收分光光度法(通则0406第二法),
1953 在232.0nm的波长处测定,按标准加入法计算,即得。含镍量不得过
1954 0.0001%。

1955 (氢化大豆油)

1956 例4 金属元素(供注射用) 取本品0.1g,置聚四氟乙烯消解罐
1957 内,加入硝酸8ml和30%过氧化氢溶液2ml,混匀,盖上内塞,静置过
1958 夜,于100 $^{\circ}$ C预消解2小时后,拧紧外盖,置适宜的微波消解仪内,进
1959 行消解。消解完全后,取消解内罐置电热板上,缓缓加热至红棕色蒸
1960 气挥尽并近干,用去离子水转移至10ml量瓶中,稀释至刻度,摇匀,
1961 作为供试品溶液。

1962 同法制备空白溶液。

1963 另分别精密量取铜、铅、铬、镍、锡单元素标准溶液适量,用1%
1964 硝酸溶液定量稀释制成每1ml中含铜、铅、铬、镍、锡浓度分别为0~30ng
1965 的系列对照品溶液。

1966 照电感耦合等离子体质谱法(通则0412)测定。含铬不得过
1967 0.000005%,铜不得过0.00001%,铅不得过0.00001%,镍不得过
1968 0.00001%,锡不得过0.00001%。

1969 (中链甘油三酸酯)

1970 9.9.4 锡、锑、铬、锰、铝、铁、汞

1971 一般采用比色法(例 1)、荧光分光光度法(例 2)、原子吸收
1972 分光光度法(例 3)、电感耦合等离子体原子发射光谱法(例 4)进
1973 行检查。

1974 书写格式举例如下。

1975 例 1 锑盐 取本品 0.50g, 加无水硫酸钠 5g, 置于长颈燃烧瓶中,
1976 加水 10ml, 摇匀, 小心加入硫酸 10ml, 摇匀, 小心加热煮沸至澄清,
1977 放冷, 加水 30ml, 再慢慢加入硫酸 10ml, 混匀, 放冷, 用水稀释至
1978 100.0ml, 摇匀, 作为供试品溶液。

1979 取酒石酸锑钾 0.274g, 置 100ml 量瓶中, 加 25%盐酸溶液 20ml
1980 使溶解, 加水稀释至刻度, 摇匀, 取 10.0ml, 置 1000ml 量瓶中, 加
1981 25%盐酸溶液 200ml, 加水稀释至刻度, 摇匀, 取 10.0ml, 置 100ml
1982 量瓶中, 加 25%盐酸溶液 30ml, 加水稀释至刻度, 作为标准锑溶液
1983 (临用新配, 每 1ml 相当于 1 μ g 的锑)。

1984 取供试品溶液 10ml, 加盐酸和水各 10ml, 摇匀, 冷却至 20 $^{\circ}$ C,
1985 加入 10%亚硝酸钠溶液(临用新配) 0.15ml, 静置 5 分钟, 加 1%盐
1986 酸羟胺溶液 5ml 和 0.01%的罗丹明 B 溶液(临用新配) 10ml, 混匀,
1987 用甲苯 10ml 萃取 1 分钟(如有必要, 离心 2 分钟)。取标准锑溶液
1988 5.0ml, 加盐酸 10ml, 加混合溶液(无水硫酸钠 0.5g, 加硫酸 2ml,
1989 用水稀释至 15ml, 摇匀, 即得) 15ml, 自“冷却至 20 $^{\circ}$ C……”起, 同
1990 供试品溶液同法操作。

1991 供试品溶液的甲苯层粉红色不得深于标准锑溶液的甲苯层
1992 (0.01%)。

1993 (二氧化钛)

1994 例 2 铝盐 (供制备血液透析液、血液过滤液或腹膜透析液用) 取
1995 本品 20.0g, 加水 100ml 使溶解, 再加入醋酸-醋酸铵缓冲液 (pH6.0)
1996 10ml, 作为供试品溶液。

1997 另取标准铝溶液[精密量取铝单元标准溶液适量, 用 2%硝酸溶
1998 液定量稀释制成每 1ml 中含铝 (Al) 2 μ g 的溶液] 2.0ml, 加水 98ml
1999 和醋酸-醋酸铵缓冲液 (pH6.0) 10ml, 作为对照品溶液。

2000 量取醋酸-醋酸铵缓冲液 (pH6.0) 10ml, 加水 100ml, 作为空白
2001 溶液。

2002 分别将上述三种溶液移至分液漏斗中, 各加入 0.5%8-羟基喹啉
2003 三氯甲烷溶液提取 3 次 (20ml、20ml、10ml), 合并提取液, 置 50ml
2004 量瓶中, 用三氯甲烷稀释至刻度, 摇匀。

2005 照荧光分光光度法 (通则 0405), 在激发波长 392nm、发射波
2006 长 518nm 处测定, 供试品溶液的荧光强度不得大于对照品溶液的荧
2007 光强度 (0.00002%)。

2008 [氯化钠 (供注射用)]

2009 例 3 铁 取本品约 10g, 精密称定, 置锥形瓶中, 加 0.5mol/L 盐
2010 酸溶液 50ml, 摇匀, 水浴加热回流 30 分钟, 放冷, 用中速滤纸滤过,
2011 滤液置 100ml 量瓶中, 用热水 30ml 分次洗涤容器及滤渣, 滤过, 洗
2012 液并入同一量瓶中, 放冷, 加水至刻度, 摇匀, 作为供试品贮备液。

2013 精密量取 5ml, 置 200ml 量瓶中, 用 0.25mol/L 盐酸溶液稀释至
2014 刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

2015 同法制备空白溶液。

2016 另精密量取标准铁溶液适量, 用 0.25mol/L 盐酸溶液稀释制成每
2017 1ml 中含铁 5~10 μ g 的系列对照品溶液。

2018 取空白溶液、供试品溶液和对照品溶液, 照原子吸收分光光度法

2019 (通则 0406 第一法), 在 248.3nm 的波长处测定, 计算, 即得。含
2020 铁不得过 0.25%。

2021 (滑石粉)

2022 例 4 锡 取本品 0.25g, 置聚四氟乙烯消解罐中, 加硝酸 6.0ml
2023 和浓过氧化氢溶液 2.0ml, 盖上内盖, 旋紧外套, 置微波消解仪中消
2024 解。消解完全后取消解内罐置电热板上缓缓加热至红棕色气体挥尽,
2025 用超纯水将罐内消解溶液小心转移至 100ml 量瓶并稀释至刻度, 摇
2026 匀, 作为供试品溶液。同法制备试剂空白溶液。

2027 照电感耦合等离子体原子发射光谱法(通则 0411)测定, 计算,
2028 含锡不得过 0.015%。

2029 [丙交酯乙交酯共聚物(5050)(供注射用)]

2030 9.9.5 硒或砷盐

2031 《中国药典》四部通则 0804 中收载硒检查法, 多采用比色法。

2032 (例 1)。

2033 砷盐检查在通则 0822 中列有两种方法, 第一法为古蔡氏法, 标
2034 准砷斑的含 As 量规定为 2 μ g(例 2)。第二法为二乙基二硫代氨基甲
2035 酸银比色法, 不仅可用于限度检查, 也可用作微量砷盐的测定(例 3)。

2036 书写格式举例如下。

2037 例 1 硒 取本品 3.0g, 加甲醛溶液 10ml, 缓缓加入盐酸 2ml, 水
2038 浴加热 20 分钟, 溶液显粉红色。与另取本品 1.0g, 精密加标准硒溶
2039 液(精密称取硒 0.100g, 加硝酸 2ml, 蒸干, 残渣加水 2ml 使溶解,
2040 蒸干, 重复操作 3 次, 残渣用稀盐酸溶解并定量转移至 1000ml 量瓶
2041 中, 用稀盐酸稀释至刻度, 摇匀, 即得)0.2ml, 自“加甲醛溶液 10ml”
2042 起同法操作制成的对照溶液比较, 不得更深(0.001%)。

2043 (无水亚硫酸钠)

2044 例 2 砷盐 取本品 1.0g, 加氢氧化钙 1.0g, 混合, 加水搅拌均匀,
2045 干燥后, 先用小火灼烧使炭化, 再在 500~600℃ 灼烧使完全灰化,
2046 放冷, 加盐酸 5ml 与水 23ml, 依法检查 (通则 0822 第一法), 应符
2047 合规定 (0.0002%)。

2048 [丙交酯乙交酯共聚物 (5050) (供注射用)]

2049 例 3 砷盐 取本品 1.0g, 置于坩埚中, 加硝酸镁六水合物乙醇
2050 (95%) 溶液 (1→50) 10ml, 缓慢加热, 蒸发乙醇, 灼烧, 若有炭
2051 化物残留, 加少量硝酸, 继续灼烧。冷却后, 加盐酸 3ml, 水浴加热
2052 至残渣溶解, 依法检查 (通则 0822 第二法), 应符合规定 (不得过
2053 百万分之二)。

2054 [聚氧乙烯 (35) 蓖麻油]

2055 9.10 脂肪酸组成

2056 书写格式举例如下。例 1 取本品约 0.1g, 置 25ml 锥形瓶中, 加
2057 0.5mol/L 氢氧化钠甲醇溶液 2ml, 振摇使溶解, 加热回流 30 分钟, 沿
2058 冷凝管加入 14% 三氟化硼甲醇溶液 2ml, 加热回流 30 分钟, 沿冷凝
2059 管加入正庚烷 4ml, 加热回流 5 分钟, 放冷, 加饱和氯化钠溶液 10ml,
2060 振摇 15 秒, 加入饱和氯化钠溶液至瓶颈部, 混匀, 静置分层, 取上层
2061 液 2ml 用水洗涤 3 次, 每次 2ml, 上层液经无水硫酸钠干燥, 作为供试
2062 品溶液。

2063 照气相色谱法 (通则 0521) 测定, 以聚乙二醇为固定液的毛细管
2064 柱为色谱柱, 起始温度为 170℃, 维持 2 分钟, 以每分钟 1℃ 的速率
2065 升温至 240℃, 维持数分钟; 进样口温度为 250℃; 检测器温度为
2066 260℃。

2067 取供试品溶液 1μl 注入气相色谱仪, 出峰顺序依次为棕榈酸甲酯、
2068 硬脂酸甲酯, 棕榈酸甲酯峰与硬脂酸甲酯峰的分离度应不小于 5.0,

2069 记录色谱图至硬脂酸甲酯峰保留时间的3倍。按面积归一化法计算，
2070 含硬脂酸不得少于40.0%，含硬脂酸和棕榈酸的总和不得少于
2071 90.0%。

2072 [硬脂酸聚烃氧(40)酯]

2073 例2 取本品0.1g，依法测定(通则0713)；分别取棕榈酸甲酯、
2074 硬脂酸甲酯、花生酸甲酯、山嵛酸甲酯、芥酸甲酯、二十四烷酸甲酯
2075 对照品适量，加正庚烷制成每1ml中各约含0.1mg的溶液，作为对照
2076 品溶液。

2077 按面积归一化法计算，含棕榈酸不得过3.0%，硬脂酸不得过
2078 5.0%，花生酸不得过10.0%，山嵛酸不得少于83.0%，芥酸不得过
2079 3.0%，二十四烷酸不得过3.0%。

2080 (山嵛酸甘油酯)

2081 9.11 微生物限度或无菌

2082 9.11.1 微生物限度

2083 微生物限度是评价药用辅料生产全过程中微生物污染程度的重
2084 要依据。未经提取的动植物及矿物质来源的、易污染的或生产工艺不
2085 易去除微生物等的制剂用的药用辅料，各论中须考虑设立微生物限度
2086 检查项目，并列该品种应符合的微生物限度。

2087 书写格式举例如下。

2088 例1 微生物限度 取本品，依法检查(通则1105与通则1106)，
2089 每1g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
2090 10^2 cfu，不得检出大肠埃希菌；每10g供试品中不得检出沙门菌。

2091 (明胶空心胶囊)

2092 例2 微生物限度 取本品，依法检查(通则1105与通则1106)，
2093 每1g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

2094 10²cfu，不得检出大肠埃希菌。

2095 (乳糖)

2096 9.11.2 无菌

2097 药用辅料用于无除菌工艺的无菌制剂时，应自行制定无菌检查
2098 项。此项在《中国药典》药用辅料通则中统一规定，**一般**不在各论中
2099 分别规定。

2100 9.12 细菌内毒素或热原

2101 **对药用辅料进行细菌内毒素（或热原）检查，目的是为了**保证药
2102 **品的细菌内毒素（或热原）检查符合规定。一般情况下，静脉用注射**
2103 **剂，椎管内、腹腔、眼内等特殊途径的注射剂、冲洗液等所用药用辅**
2104 **料，以及用于其他对细菌内毒素（或热原）有控制要求的药品生产的**
2105 **药用辅料，应考虑在药用辅料标准中制定细菌内毒素（或热原）检查**
2106 **项。**

2107 **药用辅料标准是否设立细菌内毒素（或热原）检查项以及标准限**
2108 **值的制定，应基于风险管理的理念，采用“具体问题具体分析”的原**
2109 **则，根据药用辅料的来源、性质、用途、用法用量等，并结合药品生**
2110 **产工艺确定。《中国药典》相应药用辅料品种正文中未收载细菌内毒**
2111 **素（或热原）检查，但相关方需要进行控制的，由相关方在内控标准**
2112 **中制定。**

2113 **细菌内毒素（热原）检查在《中国药典》的药用辅料品种正文中**
2114 **采用如下原则和方式体现：**

2115 **（1）如确有必要在《中国药典》中对该药用辅料的细菌内毒素**
2116 **检查项及限值进行统一要求，同时该药用辅料在制剂中用法用量比较**
2117 **明确且拟定的限度被普遍认可，细菌内毒素在《中国药典》的相应药**
2118 **用辅料品种正文中作为检查项收载（例 1）。某些药用辅料的细菌内**

2119 毒素检查操作较为复杂或特殊，可在检查项中详述具体方法（例 2）。

2120 例 1 细菌内毒素（供注射用）取本品，依法检查（通则 1143），
2121 每 1mg XXX（本品名称或者用于计量的组分名）中含内毒素的量应小
2122 于 0.012EU。

2123 例 2 细菌内毒素 取本品，用助溶剂（按吐温 80 2.5g 与无水乙
2124 醇 2.7ml 的配比，充分混合后制备得到）溶解并制成 0.1g/ml 的溶液，
2125 再用内毒素检查用水至少稀释 20 倍后，依法检查（通则 1143），每
2126 1g XXX（本品名称或者用于计量的组分名）中含内毒素的量应小于
2127 0.50EU。

2128 （2）如确有必要在《中国药典》中对该药用辅料的细菌内毒素
2129 检查项进行统一要求，但限值不易统一要求时，细菌内毒素在《中国
2130 药典》的相应药用辅料品种正文中作为检查项收载，在标示项以 EU
2131 为单位标明每 1ml（mg 等）XXX（本品名称或者用于计量的组分名）
2132 中含细菌内毒素的限值或含量（例 3）。

2133 例 3 细菌内毒素（供注射用）取本品，依法检查（通则 1143），
2134 每 1mg XXX（本品名称或者用于计量的组分名）中含内毒素的量应小
2135 于标示值。

2136 【标示】应标明每 1mg XXX 中含内毒素的量应小于的标示值（或
2137 每 1mg XXX 中含内毒素的量）。

2138 （3）如确有必要在《中国药典》中对该药用辅料的热原进行统
2139 一要求，标准中应写明注射剂量，供试液需要配制时应写明配制方法
2140 （例 4）。如正文中不宜规定热原检查项的注射剂量，应在标示项标
2141 明注射剂量（例 5）。

2142 例 4 热原（供注射用）取本品，加氯化钠注射液溶解并稀释制
2143 成每 1ml 中含本品 10mg 的溶液，依法检查（通则 1142），剂量按家

2144 兔体重每 1kg 注射 10ml，应符合规定。

2145 例 5 热原（供注射用）取本品，依法检查（通则 1142），家兔注
2146 射剂量按标示项中规定，应符合规定。

2147 【标示】应标明热原检查中按家兔体重每 1kg 注射的剂量。

2148 10. 含量测定

2149 方法有容量分析法、重量分析法、色谱法、光谱法等。

2150 10.1 容量分析法

2151 在测定常量组分时，容量分析法具有精密度好和操作简便、快速
2152 的优点，因而是药用辅料含量测定的首选方法。

2153 容量分析法有酸碱滴定法、非水滴定法、氧化还原滴定法（碘量
2154 法、溴量法与溴酸钾法、铈量法、高锰酸钾法、高碘酸钾法）、沉淀
2155 滴定法（银量法、四苯硼钠法）、络合滴定法（氨羧络合剂法、汞量
2156 法、银氨络合法）、重氮化滴定法等，其中汞量法、四苯硼钠法、溴
2157 量法、高锰酸钾法等较少应用。

2158 可根据药用辅料分子结构中所含有的基团及其化学性质，分别选
2159 用上述方法。在方法叙述中要强调：

2160 ①供试品的取用量应满足滴定精度的要求。

2161 ②滴定终点的判断要明确，如选用指示剂法，除应考虑指示剂变
2162 色敏锐（文中给出所变颜色）外，还应考虑易得。

2163 ③为了排除因加入其他试剂而混入杂质对测定结果的影响，以及
2164 便于返滴定法的计算，可采用“并将滴定的结果用空白试验校正”的方
2165 法。

2166 ④最后应列出每 1ml 滴定液相当于待测成分量的换算因子，采用
2167 四位有效数字。

2168 10.1.1 酸碱滴定法

2169 酸碱滴定法为《中国药典》中常用的定量分析方法，有酸量法和
2170 碱量法，各自有直接滴定法（例 1）和返滴定法（例 2）；通则中的“氮
2171 测定法”也属此法（例 3）。

2172 常用的酸碱指示剂是一些有机弱酸或弱碱，有酚酞、甲基红、甲
2173 基橙、溴酚蓝、溴甲酚绿、麝香草酚酞、喹哪啶等。在某些酸碱滴定
2174 中，为了使颜色变化更明显，滴定终点易判断，可使用混合指示液，
2175 如甲基红-亚甲蓝混合指示液、甲基橙-二甲苯蓝 FF 混合指示液、喹
2176 哪啶红-亚甲蓝混合指示液等（例 4），也可用电位法来确定终点（例
2177 5）。

2178 书写格式举例如下。

2179 例 1 取本品约 1.0g，精密称定，加水 100ml 使溶解，加酚酞指
2180 示液数滴，用氢氧化钠滴定液（1mol/L）滴定。每 1ml 氢氧化钠滴定
2181 液（1mol/L）相当于 58.04mg 的 $C_4H_4O_4$ 。

2182 （马来酸）

2183 例 2 取本品 0.6g，精密称定，置 250ml 碘瓶中，精密加氢氧化
2184 钡溶液[取氢氧化钡（ $Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$ ）75g，加新沸放冷的水 1000ml，
2185 即得。本液应临用滤过] 50ml，充氮去除空气和二氧化碳后密塞，并
2186 加水 3 滴形成水封。置 95~100℃水浴中加热 15 分钟，加酚酞指示
2187 液 6 滴，趁热用盐酸滴定液（0.5mol/L）滴定至溶液无色，并将滴定
2188 的结果用空白试验校正。每 1ml 盐酸滴定液（0.5mol/L）相当于 25.52mg
2189 的 $C_4H_6O_3$ 。

2190 （碳酸丙烯酯）

2191 例 3 取本品 0.2g，精密称定，照氮测定法（通则 0704 第一法）
2192 测定，计算，即得。

2193 （玉米朊）

2194 例 4 取本品约 1g, 精密称定, 加水 50ml 使溶解, 加甲基红-溴
2195 甲酚绿混合指示液 10 滴, 用盐酸滴定液 (0.5mol/L) 滴定至溶液由
2196 绿色转变为紫红色, 煮沸 2 分钟, 冷却至室温, 继续滴定至溶液由绿
2197 色变为暗紫色。每 1ml 盐酸滴定液 (0.5mol/L) 相当于 42.00mg 的
2198 NaHCO_3 。

2199 (碳酸氢钠)

2200 例 5 取本品约 4.0g, 精密称定, 加新沸放冷的水 25ml 溶解后,
2201 精密加入盐酸滴定液 (1mol/L) 25ml, 照电位滴定法 (通则 0701),
2202 用氢氧化钠滴定液 (1mol/L) 滴定, 记录第一突跃点消耗氢氧化钠滴
2203 定液体积 N_1 与第二突跃点消耗氢氧化钠滴定液总体积 N_2 , 以第一个
2204 突跃点消耗的氢氧化钠滴定液体积计算含量, 并将滴定的结果用空白
2205 试验校正 N_3 。每 1ml 盐酸滴定液 (1mol/L) 相当于 142.0mg 的 Na_2
2206 HPO_4 。

2207 (磷酸氢二钠十二水合物)

2208 10.1.2 非水滴定法

2209 在非水溶剂中进行滴定的分析方法称为非水滴定法, 主要用来测
2210 定有机碱及其氢卤酸盐、磷酸盐、硫酸盐或有机酸盐以及有机酸的碱
2211 金属盐类药用辅料的含量, 也用于测定某些有机弱酸的含量。

2212 非水滴定法中除非水酸碱滴定外, 尚有非水氧化还原滴定及非水
2213 沉淀滴定等。但在含量测定中, 以非水酸碱滴定应用最为广泛, 高氯
2214 酸的非水滴定, 因其具有适应性广 (适用于有机弱碱及其盐类), 方
2215 法简便和测定结果精密等优点, 在药用辅料的含量测定中最为常用;
2216 但为了减少对环境的污染, 在氢卤酸盐的非水溶液酸碱滴定中, 应尽
2217 量避免使用醋酸汞试液。

2218 本法已收载于《中国药典》四部通则, 但在正文中仍应详细叙述

2219 方法。《中国药典》四部通则收载有两种方法，第一法是用高氯酸滴
2220 定液（0.1mol/L）滴定碱性药用辅料，第二法是用碱滴定液，如甲醇
2221 钠滴定液（0.1mol/L）或氢氧化四丁基铵滴定液（0.1mol/L）滴定酸
2222 性药用辅料。可用指示液（如结晶紫指示液、偶氮紫指示液、萘酚苯
2223 甲醇指示液、喹哪啶红指示液等）（例 1）或电位滴定法指示终点（例
2224 2）。

2225 书写格式举例如下。

2226 例1 取本品约0.16g，精密称定，加冰醋酸40ml，微温溶解后，
2227 放冷，加结晶紫指示液2滴，用高氯酸滴定液（0.1mol/L）滴定至溶
2228 液显绿色，并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml 高氯酸滴定液
2229 0.1mol/L）相当于20.12mg 的 $C_6H_{12}NNaO_3S$ 。

2230 （环拉酸钠）

2231 例2 取干燥失重项下的本品约 0.25g，精密称定，置 150ml 锥形
2232 瓶中，加冰醋酸 50ml，摇匀，加热回流 2 小时，放冷，移至 100ml
2233 烧杯中，锥形瓶用冰醋酸洗涤 3 次，每次 5ml，合并洗液于烧杯中，
2234 照电位滴定法（通则 0701），用高氯酸滴定液（0.1mol/L）滴定，并
2235 将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液（0.1mol/L）相
2236 当于 2.299mg 的 Na。

2237 （羧甲基纤维素钠）

2238 10.1.3 银量法

2239 银量法是沉淀滴定法的一种，是以硝酸银滴定液，测定能与 Ag^+
2240 生成难溶性沉淀银盐的分析方法。有直接滴定法和间接滴定法，其滴
2241 定终点用指示剂或电位滴定法加以确定。常用的有铬酸钾指示剂法、
2242 吸附指示剂法等。由于指示滴定终点的方法不同，介质条件也不一致，
2243 均应明确叙述。

2244 书写格式举例如下。

2245 例 取本品约 0.12g, 精密称定, 加水 50ml 溶解后, 加 2%糊精溶
2246 液 5ml、2.5%硼砂溶液 2ml 与荧光黄指示液 5~8 滴, 用硝酸银滴定
2247 液 (0.1mol/L) 滴定。每 1ml 硝酸银滴定液 (0.1mol/L) 相当于 5.844mg
2248 的 NaCl。

2249 [氯化钠 (供注射用)]

2250 10.1.4 络合滴定法

2251 以络合反应为基础的滴定分析法称为络合滴定法, 目前应用最广
2252 的为氨羧络合滴定法。常用的氨羧络合剂为乙二胺四醋酸二钠滴定液
2253 (0.05mol/L), 常用铬黑 T 指示剂 (例 1)、钙紫红素指示剂 (例 2)
2254 或钙黄绿素指示剂来确定滴定终点, 也有部分样品采用二甲酚橙 (例
2255 3)。主要用于含 Mg、Ca、Al、Zn 或 Bi 药用辅料的含量测定, 方法
2256 中应重点说明供试品溶液的 pH 值与指示剂的选用, 以及滴定终点时
2257 指示剂的颜色变化。

2258 书写格式举例如下。

2259 例 1 取本品约 0.3g, 精密称定, 加水 50ml 溶解后, 加氨-氯化铵
2260 缓冲液 (pH10.0) 10ml, 与铬黑 T 指示剂少许, 用乙二胺四醋酸二钠
2261 滴定液 (0.05mol/L) 滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色, 即得。每 1ml
2262 的乙二胺四醋酸二钠滴定液 (0.05mol/L) 相当于 10.17mg 的
2263 $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。

2264 (氯化镁)

2265 例 2 取本品约 0.2g, 精密称定, 加稀盐酸 10ml 与水 100ml, 加
2266 热并振摇使溶解, 放冷, 在搅拌下精密加乙二胺四醋酸二钠滴定液
2267 (0.05mol/L) 20ml, 摇匀, 加氢氧化钠溶液 (1→5) 15ml 与钙紫红
2268 素指示剂 0.1g, 继以乙二胺四醋酸二钠滴定液 (0.05mol/L) 滴定至

2269 溶液由紫色变为蓝色。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液 (0.05mol/L)
2270 相当于 6.807mg 的 CaSO_4 。

2271 (硫酸钙)

2272 例 3 取本品 0.25g, 置于石英坩埚中, 精密称定, 加焦硫酸钾 2 g,
2273 小火熔融, 大火烧至蜂窝状, 放冷, 分 2~3 次加硫酸 20ml, 每次均
2274 加热溶解, 放冷, 分别转移至同一有水约 100ml 的烧杯中, 搅匀, 放
2275 冷, 移至 250ml 量瓶中 (必要时可水浴加热至澄清), 用水稀释至刻
2276 度, 摇匀。精密量取 10ml, 置 500ml 锥形瓶中, 加水 200ml 与浓过
2277 氧化氢溶液 4ml, 混匀, 精密加入乙二胺四醋酸二钠滴定液
2278 (0.05mol/L) 25ml, 放置 5 分钟, 加甲基红指示液 1 滴, 用 20%氢
2279 氧化钠溶液中和至 pH 试纸显中性, 加乌洛托品 5g 使溶解, 加二甲
2280 酚橙指示液 1ml, 用锌滴定液 (0.05mol/L) 滴定至溶液自橙色变为黄
2281 色最后转为橙红色; 同时做空白试验校正。每 1ml 锌滴定液
2282 (0.05mol/L) 相当于 3.995mg 的 TiO_2 。

2283 (二氧化钛)

2284

2285 10.1.5 碘量法

2286 碘量法是以碘作氧化剂, 或以碘化物作还原剂的一种氧化还原滴
2287 定方法。凡能还原 I_2 生成 I^- 的还原性物质, 或能氧化 I^- 生成 I_2 的氧化
2288 性物质, 都可用碘量法进行滴定测定含量。方法有直接碘量法与间接
2289 碘量法, 间接碘量法应用较为普遍。

2290 本法中最常用的是淀粉指示剂, 亦可用 I_2 滴定溶液作指示剂; 应
2291 注意淀粉指示剂的加入时刻, 直接碘量法可于滴定前加入, 间接碘量
2292 法须在近终点时加入, 因为当溶液中有大量碘存在时, 碘被淀粉表面
2293 牢固地吸附, 不易与硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 立即作用, 致使终点“迟
2294 钝”。

2295 书写格式举例如下。

2296 例 取本品约 0.20g, 精密称定, 精密加碘滴定液 (0.05mol/L)
2297 50ml, 密塞, 在暗处放置 5 分钟, 用硫代硫酸钠滴定液 (0.1mol/L)
2298 滴定, 至近终点时, 加淀粉指示液 1ml, 继续滴定至蓝色消失, 并将
2299 滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 碘滴定液 (0.05mol/L) 相当于
2300 6.302mg 的 Na_2SO_3 。

2301 (无水亚硫酸钠)

2302 10.1.6 溴量法

2303 溴量法是以溴的氧化作用和溴代作用为基础的滴定法, 是氧化还
2304 原滴定的一种常用方法。滴定原理与碘量法基本相同, 试验过程描述
2305 也相近, 亦分为直接法 (例 1) 与间接法 (例 2)。

2306 书写格式举例如下。

2307 例 1 取本品约 0.1g, 精密称定, 置 250ml 碘瓶中, 加入 1mol/L
2308 氢氧化钠溶液 25ml, 振摇使溶解, 加入热盐酸 (1→2) 20ml, 摇匀,
2309 立即用溴滴定液 (0.05mol/L) 滴定至距理论终点 1~2ml 处, 加热溶
2310 液至 70~80℃, 加甲基橙指示液 2 滴并继续缓慢滴定至红色消失,
2311 再加入溴滴定液 (0.05mol/L) 2 滴, 振摇约 10 秒后加甲基橙指示液
2312 1 滴, 振摇, 溶液如显红色则重复上述步骤继续滴定。直至加入甲基
2313 橙指示液 1 滴, 振摇后红色消失。每 1ml 溴滴定液 (0.05mol/L) 相
2314 当于 3.755mg 的 $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}$ 。

2315 (麝香草酚)

2316 例 2 取本品约 0.1g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加冰醋酸 30ml
2317 溶解后, 精密加溴滴定液 (0.05mol/L) 25ml, 再加溴化钾溶液 (3→20)
2318 10ml 与盐酸 10ml, 立即密塞, 摇匀, 在暗处放置 15 分钟。迅速加入
2319 碘化钾溶液 (1→10) 10ml, 水 100ml, 密塞, 振摇。用水冲洗瓶壁,

2320 振摇，用硫代硫酸钠滴定液（0.1mol/L）滴定，至近终点时加淀粉指
2321 示液 3ml，并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 溴滴定液
2322 （0.05mol/L）相当于 4.855mg 的 $(C_9H_7NO)_2 \cdot H_2SO_4$ 。

2323 （硫酸羟喹啉）

2324 10.1.7 氧化还原滴定法

2325 书写格式举例如下。

2326 例 取本品约 5g，精密称定，置 500ml 量瓶中，加热水溶解，放
2327 冷，用水稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另取葡萄糖对照品适
2328 量，精密称定，用水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液，
2329 作为对照品溶液。精密量取碱性酒石酸铜试液 25ml，置锥形瓶中，
2330 加热至沸，立即用对照品溶液滴定，至近终点时继续缓缓加热 2 分钟，
2331 并不断旋转振摇，加 1%亚甲蓝溶液 2 滴，在微沸状态下，缓缓滴加
2332 对照品溶液至上清液蓝色消失（滴定过程应在 3 分钟内完成）；另精
2333 密量取碱性酒石酸铜试液 25ml，用供试品溶液同法操作，按下式计
2334 算，即得。

2335 葡萄糖当量值（%）= $(C_s/C_U) \times (V_s/V_U) \times 100\%$

2336 式中 C_U 为供试品溶液的浓度（按干燥品计算），mg/ml；

2337 C_s 为对照品溶液的浓度，mg/ml；

2338 V_s 和 V_U 分别为对照品溶液和供试品溶液的滴定体积，ml。

2339 （淀粉水解寡糖）

2340 10.2 重量分析法

2341 本法仅在不能应用容量分析法进行药用辅料的含量测定时，方考
2342 虑选用。在重量分析法中，被测组分或其反应产物必须经过分离、纯
2343 化，才能进行称量，因此在方法叙述中要具体介绍分离、纯化的操作
2344 和注意事项，以及干燥的条件。结果计算如需换算因子，应取四位有

2345 效数字。

2346 书写格式举例如下。

2347 例 取本品 1g，置已在 1000℃下炽灼至恒重的铂坩埚中，在
2348 1000℃下炽灼 1 小时，取出，放冷，精密称定，将残渣用水润湿，滴
2349 加氢氟酸 10ml，置水浴上蒸干，放冷，继续加入氢氟酸 10ml 和硫酸
2350 0.5ml，置水浴上蒸发至近干，移至电炉上缓缓加热至酸蒸气除尽，
2351 在 1000℃下炽灼至恒重，放冷，精密称定，减失的重量即为供试量
2352 中含有 SiO₂ 的重量。

2353 (二氧化硅)

2354 10.3 光谱法

2355 10.3.1 紫外-可见分光光度法

2356 本法操作简便，检测灵敏，适用性强。朗伯 - 比尔定律是本法定
2357 量分析的依据。常用对照品比较法(例 1)、吸收系数法和比色法(例
2358 2)进行含量测定。

2359 书写格式举例如下。

2360 例 1 取本品约 50mg，精密称定，置 250ml 量瓶中，用 0.1mol/L
2361 盐酸溶液溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取 5ml，置 100ml 量瓶中，
2362 用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法(通
2363 则 0401)，在 274nm 的波长处测定吸光度；另取麦芽酚对照品，同
2364 法测定，即得。

2365 (麦芽酚)

2366 例 2 磷 对照品溶液的制备 精密称取经 105℃干燥至恒重的磷
2367 酸二氢钾对照品 0.0439g，置 50ml 量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，
2368 摇匀，精密量取 10ml，置 50ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀(每
2369 1ml 相当于 0.04mg 的磷)。

2370 供试品溶液的制备 取本品约 0.15g, 精密称定, 置凯氏烧瓶中,
2371 加硫酸 20ml 与硝酸 50ml, 缓缓加热至溶液呈淡黄色, 小心滴加浓过
2372 氧化氢溶液, 使溶液褪色, 继续加热 30 分钟, 冷却后, 转移至 100ml
2373 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

2374 测定法 精密量取对照品溶液与供试品溶液各 2ml, 分别置 50ml
2375 量瓶中, 各依次加入钼酸铵硫酸试液 4ml, 亚硫酸钠试液 2ml 与新鲜
2376 配制的对苯二酚溶液 (取对苯二酚 0.5g, 加水适量使溶解, 加硫酸 1
2377 滴, 加水稀释至 100ml) 2ml, 用水稀释至刻度, 摇匀, 暗处放置 40
2378 分钟, 照紫外-可见分光光度法 (通则 0401), 在 620nm 的波长处分
2379 别测定吸光度, 计算含磷 (P) 量, 即得。

2380 (大豆磷脂)

2381 10.3.2 红外分光光度法

2382 红外分光光度法通常采用压片法、糊法、膜法、溶液法和气体吸
2383 收法等进行测定。

2384 对于吸收特别强烈、或不透明表面上的覆盖物等供试品, 可采用
2385 如衰减全反射、漫反射和发射等红外光谱方法。

2386 对于极微量或需微区分析的供试品, 可采用显微红外光谱方法测
2387 定。

2388 书写格式举例如下。

2389 例 按衰减全反射红外光谱法 (通则 0402), 在 $4000\sim 700\text{cm}^{-1}$
2390 波数扫描样品与二甲硅油对照品的红外光谱, 计算在 1259cm^{-1} 波数
2391 附近的吸收度 (以峰高计), 按照以下公式计算二甲硅油中的聚二甲
2392 基硅氧烷的含量:

2393 聚二甲基硅氧烷的含量 (%) = $100(A_u/A_s)(D_s/D_u)$

2394 式中 A_u 为样品的吸收度;

- 2395 A_s 为对照品的吸收度；
2396 D_u 为样品在 25℃ 时的相对密度；
2397 D_s 为对照品在 25℃ 时的相对密度。

2398 (二甲硅油)

2399 10.3.3 原子吸收分光光度法

2400 原子吸收分光光度法的测量对象是呈原子状态的金属元素和部
2401 分非金属元素，是基于测量蒸气中原子对特征电磁辐射的吸收强度进
2402 行定量分析的一种仪器分析方法。原子吸收分光光度法遵循分光光度
2403 法的吸收定律，一般通过比较对照品溶液和供试品溶液的吸光度，计
2404 算供试品中待测元素的含量。故药用辅料分子结构中含有金属元素的
2405 可用原子吸收分光光度法。

2406 使用该方法测定前，必须采用适当方法将供试品破坏，并在原子
2407 化器中将待测元素转化为基态原子。根据待测元素原子化的难易程
2408 度，可选择适当的原子化器及相应的原子化条件。通常采用火焰型原
2409 子化器，但若待测元素所需的原子化温度较高或在火焰中易形成难离
2410 解的氧化物，则宜采用石墨炉法。易于生成挥发性氢化物的元素（A
2411 s、Pb、Cd、Ge、Sn、Sb、Bi、Se、Te、Zn 等）宜采用氢化
2412 物原子化器。对易挥发性的 Hg 可采用冷蒸气法。

2413 书写格式举例如下。

2414 例 取本品约 0.1g，精密称定，置聚四氟乙烯容器中，加盐酸 1ml、
2415 硝酸 1ml 与高氯酸 1ml，摇匀，加氢氟酸 7ml，置加热板上缓缓蒸至
2416 近干（约 0.5ml），用硝酸溶液（2→100）转移至 50ml 量瓶中，并稀
2417 释至刻度，摇匀，作为供试品贮备液。精密量取贮备液 2ml，置 50ml
2418 量瓶中，并用水稀释至刻度，摇匀，精密量取 2ml，置 100ml 量瓶中，
2419 用混合溶液（取盐酸 10ml 与 8.9%氯化镧溶液 10ml，加水至 100ml）

2420 稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。精密量取标准镁溶液适量，分
2421 别用水稀释制成每 1ml 中含镁 10 μ g、15 μ g、20 μ g、25 μ g 的溶液，各
2422 精密量取 2ml，分置 100ml 量瓶中，用混合溶液稀释至刻度，摇匀，
2423 作为对照品溶液。

2424 取空白溶液、供试品溶液和对照品溶液，照原子吸收分光光度法
2425 （通则 0406 第一法），在 285.2nm 的波长处测定，用标准曲线法计
2426 算，即得。

2427 （滑石粉）

2428 10.3.4 旋光度测定法

2429 平面偏振光通过含有某些光学活性化合物的液体或溶液时，能引
2430 起旋光现象，使偏振光的平面向左或向右旋转。旋转的度数，称为旋
2431 光度。

2432 在一定波长与温度下，偏振光透过每 1ml 含有 1g 旋光性物质的
2433 溶液且光路长 1dm 时，测得的旋光度称为比旋度。比旋度(或旋光度)
2434 可以用于鉴别或检查光学活性辅料的纯度，亦可用于测定光学活性辅
2435 料的含量。

2436 书写格式举例如下。

2437 例 取在 105 $^{\circ}$ C 干燥 4 小时的本品约 26g，精密称定，置 100ml
2438 量瓶中，加饱和醋酸铅溶液 0.3ml 和水 90ml，振摇使溶解，用水稀释
2439 至刻度，摇匀，用滤板上平铺硅藻土 8g 的布氏漏斗，减压抽滤，弃
2440 去初滤液 20ml，精密量取续滤液 25ml 两份，分别置两个 50ml 量瓶
2441 中，取其中一瓶，缓缓加入盐酸溶液（1 \rightarrow 2）6ml，充分摇匀，再加
2442 水 10ml，摇匀后置 60 $^{\circ}$ C 水浴，持续振摇 3 分钟，并继续加热 7 分钟，
2443 立即冷却至 20 $^{\circ}$ C，用水稀释至刻度，混匀；将另一瓶冷却至 20 $^{\circ}$ C，
2444 用水稀释至刻度，摇匀。将两个量瓶于 20 $^{\circ}$ C 保持 30 分钟后，依法测

2445 定旋光度（通则 0621），按下式计算蔗糖（ $C_{12}H_{22}O_{11}$ ）的百分数：

$$2446 \quad 100 (\alpha_0 - \alpha_i) / 88.3$$

2447 式中 α_0 和 α_i 分别为非转化和酸转化溶液的比旋度

2448 （可压性蔗糖）

2449 10.4 色谱法

2450 10.4.1 高效液相色谱法

2451 在药用辅料的含量测定中，高效液相色谱法主要用于因所含杂质
2452 干扰测定，而常规方法又难以分离或分离手段繁杂的品种。

2453 方法中所用的对照品，必须具有纯度高、稳定性好等条件。由于
2454 定量环或自动进样器在色谱仪中的使用，一般采用外标法。采用蒸发
2455 光散射检测器时，应采用不少于三个浓度的对照品溶液进行测定，以
2456 对照品溶液的对数值与相应的峰面积对数值计算回归方程，由回归方
2457 程计算出供试品含量。

2458 所用色谱柱填充剂以十八烷基硅烷键合硅胶最为常用，辛基硅烷
2459 键合硅胶和其他类型的硅烷键合硅胶（如氰基硅烷键合相和氨基硅烷
2460 键合相等）、硅胶等也有使用。

2461 流动相一般首选甲醇-水系统。如经试用不合适，可改选用其他
2462 填充剂和流动相，可根据需要采用等度或梯度洗脱。

2463 最常用的检测器为紫外检测器，其他常见检测器有二极管阵列检
2464 测器（DAD）、荧光检测器、示差折光检测器、蒸发光散射检测器、
2465 电化学检测器和质谱检测器等。

2466 制订的方法应有“色谱条件和系统适用性试验”要求，且其项下所
2467 定的理论板数和分离度数值均系指符合检测的最低要求。应根据被测
2468 样品的性质制备分离度试验用溶液。

2469 书写格式举例如下。

2470 例 照高效液相色谱法（通则 0512）测定。

2471 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
2472 剂；以四氢呋喃为流动相，流速为每分钟 0.5ml；柱温为 45℃；示差
2473 折光检测器，检测器温度为 45℃。取乙基纤维素对照品、三辛酸甘
2474 油酯对照品与油酸对照品适量，用四氢呋喃溶解并稀释制成每 1ml
2475 中分别约含 3.75mg、0.6mg 和 0.4mg 的溶液，作为系统适用性溶液，
2476 量取 10 μ l 注入液相色谱仪，记录色谱图，理论板数按乙基纤维素峰
2477 计算不低于 3000，三辛酸甘油酯峰与乙基纤维素峰的分度度应不小
2478 于 2.0，三辛酸甘油酯峰与油酸峰的分度度应不小于 1.2，乙基纤维素
2479 峰的拖尾因子应不大于 2.0。

2480 测定法 取本品，摇匀，精密称取约 1g，置 50ml 量瓶中，加四
2481 氢呋喃 30ml，振摇 15 分钟，用四氢呋喃稀释至刻度，摇匀，滤过，
2482 精密量取续滤液 10 μ l 注入液相色谱仪，记录色谱图；另精密称取乙
2483 基纤维素对照品适量，用四氢呋喃溶解并稀释制成每 1ml 中约含
2484 3.75mg 的溶液，同法测定，按外标法以峰面积计算，即得。

2485 [乙基纤维素水分散体（B 型）]

2486 10.4.2 气相色谱法

2487 该方法分离效果优越。对于所含杂质对其他含量测定方法有干
2488 扰，而其本身又具有一定挥发性的药用辅料，它是一个有效的含量测
2489 定方法，气相色谱法常采用外标法、内标法作为定量方法。面积归一
2490 法和标准曲线法较为少用。

2491 书写格式举例如下。

2492 例 照气相色谱法（通则 0521）测定。

2493 色谱条件与系统适用性试验 用聚乙二醇（或极性相近）为固定
2494 液的毛细管柱，起始温度为 80℃，维持 1 分钟，以每分钟 3℃的速率

2495 升温至 180℃, 维持 2 分钟; 进样口温度为 250℃, 检测器温度为 250℃。
2496 取对照品溶液 1μl, 注入气相色谱仪, β-丁香烯峰和丁香酚峰的分离
2497 度应符合要求。

2498 内标溶液的制备取水杨酸乙酯适量, 加正己烷溶解并稀释制成每
2499 1ml 中约含 9mg 的溶液, 即得。

2500 测定法 取本品约 0.1g, 精密称定, 置 10ml 量瓶中, 加内标溶液
2501 溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液, 精密量取 1μl 注入气相
2502 色谱仪, 记录色谱图。另取 β-丁香烯与丁香酚对照品适量, 精密称定,
2503 加内标溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1.0mg 和 8.8mg 的混合
2504 溶液, 同法测定。按内标法以峰面积计算, 即得。

2505 (丁香茎叶油)

2506 10.5 L 型二氧化碳测定仪法

2507 书写格式举例如下。

2508 例 取 L 型二氧化碳测定仪 (图 2), 打开两通旋塞 C 和 D, 用
2509 橡胶管将样品钢瓶减压阀出口与 C 处的玻璃管相连接, 用本品 (大
2510 于被置换容积的 10 倍量) 充分置换测定仪及其连接管道中的空气,
2511 关闭旋塞 D, 再关闭底部旋塞 C, 取下橡胶管, 迅速旋转 D 数次, 使
2512 仪器内的压力与大气压平衡。向滴液漏斗中注入 30% 氢氧化钾溶液
2513 105ml, 缓慢开启旋塞 D, 让 30% 氢氧化钾溶液流入水平吸收器 A,
2514 当二氧化碳吸收完全 (即 30% 氢氧化钾溶液不再流入吸收器 A, 剩余
2515 的气体体积恒定时), 关闭旋塞 D。读取吸收器 A 刻度, 先从球面
2516 尺度上读出气泡直径, 查对给出的“纯度-气泡直径对照表”, 得出所
2517 测样品的含量; 当气泡超出球面刻度时, 将测定仪旋转 90°, 使气泡
2518 上升到吸收器 A 细管顶端, 读取吸收器 A 量气管液面所指刻度值,
2519 即得即为待测样品的含量。

2520

(二氧化碳)

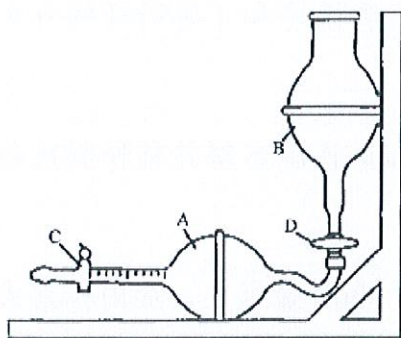


图2 L型二氧化碳测定仪

A: 吸收器(容量: 100ml±0.5ml, 其中 99~100ml 处的最小分度值为 0.05ml);

B: 滴液漏斗(容量: 120ml, 在 105ml 处有一刻度线);

C、D: 两通旋塞。

2521

2522 注: 检查与测定前, 应先将供试品钢瓶在试验室温度下放置 6 小
2523 时以上。

2524 11. 类别

2525 主要说明在制剂中的用途, 以“×××剂等”方式表述(例 1); 如
2526 有多种用途, 一般收载三种主要用途, 并加“等”代表多种, 需特别提
2527 示的, 可予注明(例 2)。书写格式举例如下。

2528 《中国药典》药用辅料功能类别术语中英文对照表详见附件 4。

2529 一般应选用对照表中的功能类别。

2530 例1 助悬剂和吸附剂等。

2531 (硅酸镁铝)

2532 例2 吸收促进剂、溶剂等(仅供外用)。

2533 (二甲基亚砜)

2534 12. 贮藏

2535 叙述对药用辅料包装与贮藏的特殊要求, 如遇光易变质(例 1),
2536 遇空气易氧化(例 2), 对贮藏温度、湿度有特殊要求(例 3), 对
2537 贮藏容器有特殊要求(例 4)。

2538 书写格式举例如下。

2539 例1 避光，密封保存。

2540 (乙醇)

2541 例2 充氮，密封，在阴凉干燥处保存。

2542 [月桂酰聚氧乙烯(12)甘油酯]

2543 例3 密封，冷藏或者冷冻(-20℃~8℃)，在开封前使产品接近
2544 室温以尽量减少由于水分冷凝引起的降解。

2545 [丙交酯乙交酯共聚物(5050)(供注射用)]

2546 例4 置耐压容器内保存。

2547 (二氧化碳)

2548 13. 标示

2549 有多项标示的，用①、②区分，不换行。

2550 例 ①应标明滴点、锥入度的标示范围。②如加抗氧化剂或稳定剂，
2551 应标明名称和含量。

2552 (白凡士林)

2553 规定应标明的内容分两类。

2554 13.1 药用辅料所含成分可能会对制剂的稳定性及安全性等造成影响
2555 的，可在标示项中规定应标明，如抗氧化剂、消泡剂、抑菌剂、增塑剂
2556 等。

2557 书写格式举例如下。

2558 例 如加抗氧化剂，应标明抗氧化剂名称与用量。

2559 (花生油)

2560 13.2 药用辅料的有些功能性相关指标可在标示项中予以规范。

2561 13.2.1 药用辅料的有些功能性相关指标有统一的测定方法，但可不在
2562 国家标准中设定具体限度要求，可在标示中规定“应标明……的标示
2563 值(标示范围)”(例1、2)。

2564 书写格式举例如下。

2565 例 1 应标明本品酯化度的标示值。

2566 (果胶)

2567 例2 应标明十二醇的标示值,以及十二醇与十四醇的含量之和的
2568 标示值。

2569 (十二烷基硫酸钠)

2570 13.2.2 药用辅料的有些功能性相关指标对于产品分级、分规格,以及
2571 在制剂中的选用等至关重要,可在标示中规定“应标明……的标示值
2572 (标示范围)”。其检测方法及限度要求应由药用辅料供需方在随行
2573 检验报告书或质量协议等载体中载明。

2574 书写格式举例如下。

2575 例1 应标明本品粒度和黏度的标示值。

2576 (瓜尔胶)

2577 例2 ②应标明本品运动黏度的标示值及范围(可按下述测定方法
2578 测定)。

2579 黏度 取本品4.50g,置已称定重量的100ml烧杯中,加温水20ml,
2580 置60℃水浴中搅拌使溶化;取出烧杯,擦干外壁,加水使胶液总重量
2581 达到下列计算式的重量(含干燥品15.0%),将胶液搅匀后倒入干燥
2582 的具塞锥形瓶中,密塞,置40℃±0.1℃水浴中,当胶液的温度达到
2583 40℃±0.1℃后,移至平氏黏度计内,照黏度测定法(通则0633第一法,
2584 毛细管内径为2.0mm),于40℃±0.1℃水浴中测定。

$$2585 \quad \text{胶液总重量 (g)} = \frac{(1 - \text{干燥失重}) \times 4.50 \times 100}{15.0}$$

2586 (明胶空心胶囊)

2587 14. 附图、附表、附、注

2588 排列顺序为:附图、附表、附、注。

2589 14.1 附图、附表

2590 列出正文指向的附图、附表。

2591 图的名称在图下方，表的名称在表上方。

2592 书写格式举例如下。

2593 例 附表 相对黏度 (η_{rel}) 与特性黏数和浓度的乘积 ($[\eta]C$) 转换
2594 表

2595 (微晶纤维素)

2596 14.2 附

2597 实验用特殊溶液的配制方法等可在此项注明(也可在标准中加括
2598 号说明)。

2599 书写格式举例如下。

2600 例 附：醋酸汞溶液的配制 取醋酸汞 50g，用加有冰醋酸 0.5ml
2601 的甲醇 900ml 溶解，加甲醇稀释到 1000ml，摇匀，如显黄色不能使
2602 用；如显浑浊，应滤过，如滤后仍浑浊或呈黄色则不能用。本品宜临
2603 用时新制。贮于棕色瓶中，在暗处保存。

2604 (泊洛沙姆 407)

2605 14.3 注

2606 提示性信息在“注”项下描述。

2607 有多项需要注的，用①、②区分，每项不换行。一般顺序为：品
2608 种别名、表观特性、溶解特性、安全性提示信息、特殊包装要求等。

2609 表观特性指不宜在性状中描述或超出性状应描述范围，且有必要
2610 提示的特性(如引湿、潮解、腐蚀、风化、易吸收二氧化碳、遇热易
2611 发酸变质、遇光和热颜色易变深、在空气中露置易变质、对光不稳定)。

2612 溶解度是一种物理性质，对在特定溶剂中的溶解性能需作质量控
2613 制时，在该品种检查项下具体规定。原性状项下溶解度调整至注。按

2614 溶解度大小依次排列，即：“极易溶解”“易溶”“溶解”“略溶”
2615 “微溶”“极微溶解”和“几乎不溶或不溶”；其中溶解度相似的溶
2616 剂，则按其极性大小依次排列（水、甲醇、乙醇、丙酮、乙酸乙酯、
2617 乙醚或环己烷等）；在酸或碱性溶液中的溶解度放在最后，要注明所
2618 用酸或碱性溶液的名称（不要用“矿酸”或“氢氧化碱”等名词）和
2619 浓度。

2620 安全性提示信息，如：为满足透析用制剂安全性要求，必要时，
2621 可对本品的铝含量进行控制。为满足制剂安全性和有效性要求，必要
2622 时，可对本品的*N*-亚硝基二乙醇胺限量进行控制。

2623 例注：①本品别名***。②本品具有引湿性。③本品在甲醇、乙
2624 醇或乙二醇中易溶，在水中溶解。④为满足制剂安全性和有效性要求，
2625 必要时，可对本品的镉含量进行控制。⑤本品不宜采用含邻苯二甲酸
2626 酯类塑化剂的塑料类或橡胶类作为内包装材料。

2627

2628 附件

- 2629 1. 药用辅料红外对照图谱录制细则
- 2630 2. 《中国药典》药用辅料标准与 ICH Q3C 协调方案
- 2631 3. 《中国药典》药用辅料标准与 ICH Q3D 协调方案
- 2632 4. 《中国药典》药用辅料功能类别术语中英文对照表

2633

2634 附件 1: 药用辅料红外对照图谱录制细则

2635

2636 为规范《中国药典》药用辅料红外鉴别方法的建立,明确药用辅
2637 料对照图谱制图细则,参考《中国药品检验标准操作规范》和《药品
2638 红外光谱集》光谱录制细则等技术文件,制定本细则。

2639 首先应根据药用辅料特性,确定是否适宜建立红外鉴别。确定建
2640 立红外鉴别的,凡适宜建立红外对照图谱的,首选考虑采用与对照图
2641 谱比较;不适宜制备对照品的(如不易储运、价格昂贵等),应考虑
2642 采用与对照图谱比较;尽量避免建立的对照品仅用于红外鉴别。

2643 建立药用辅料红外对照图谱可参照如下细则:

2644 一、红外光谱仪的要求

2645 采用两种或两种以上、不同型号的、分辨率不大于 2cm^{-1} 的傅里
2646 叶变换红外光谱仪进行录制。所用仪器应按《中国药品检验标准操作
2647 规范》要求,并参考仪器说明书,用聚苯乙烯薄膜(厚度约为 0.04mm)
2648 对仪器进行检定或校准,结果应符合《中国药典》通则 0402 红外分
2649 光光度法要求。

2650 二、样品及贮藏要求

2651 1. 所用样品应经过确认或确证,且具有代表性。

2652 首选中国或其他国家标准物质。样品应符合药典或其他现行有效
2653 的标准。尽可能收集不同来源的有代表性的样品,以考察不同企业、
2654 不同批次是否存在差异。

2655 2. 所用样品纯度应满足建立红外图谱的要求。

2656 3. 如为多晶型样品,宜采用稳定晶型或市场上流通的主流晶型
2657 样品,并需在录制的红外光谱图备注中标注所用晶型。

2658 4. 参考药用辅料国家标准中规定的贮藏条件或标准物质说明书
2659 中的贮藏条件贮藏。实验室应有满足样品贮藏条件的设备。

三、试样的制备与测试及注意事项

1. 试样的制备及测试 试样的制备方法主要有压片法、糊法、膜法、溶液法、衰减全反射法和气体法。

1.1 压片法 此法为固体样品最常用的样品制备方法。取供试品适量，置玛瑙研钵中，加入干燥的溴化钾或氯化钾细粉作为稀释剂，充分研磨均匀，置于压片模具中（根据所用仪器设备选用合适直径的压片模具，供试品与稀释剂的用量需根据选用的压片模具进行相应调整，以保证制得的供试片中供试品浓度合适），使铺布均匀，必要时抽真空 2 分钟，加压，保持压力 2~5 分钟。取出制成的供试片，目视检测应呈均匀透明，无明显的颗粒。将供试片置于仪器的样品光路中，并扣除用同法制成的空白溴化钾或氯化钾片的背景，录制光谱图。

1.2 糊法 取供试品约 5mg，置玛瑙研钵中，滴加少量液状石蜡或其他适宜的液体制成均匀的糊状，取适量糊状物夹于两个溴化钾片（每片重约 150mg）之间，作为供试片；以溴化钾约 300mg 制成空白片作为补偿，录制光谱图。亦可用其他适宜的盐片压夹糊状物。

1.3 膜法 参照 1.2 糊法所述的方法，将液体供试品铺展于溴化钾片或其他适宜的盐片中录制；或将供试品置于适宜的液体池内录制光谱图。若供试品为高分子聚合物，可先制成适宜厚度的薄膜，然后置样品光路中测定。

1.4 溶液法 将供试品溶于适宜的溶剂内，制成 1%~10% 浓度的溶液，置于适宜厚度的液体池中录制光谱图，并以相同厚度装有同一溶剂的液体池作为背景补偿。

1.5 衰减全反射法（ATR） 将供试品均匀地铺展在衰减全反射棱镜的底面上，使紧密接触，依法录制反射光谱图。

1.6 气体法 采用光路长度约为 10cm 或与仪器匹配的气体池，

2685 根据所用仪器气体池的操作要求进行预处理，充以适量的待测气体，
2686 录制光谱图。

2687 2. 操作注意事项

2688 2.1 对溴化钾或氯化钾的质量要求 用溴化钾或氯化钾制成空
2689 白片，以空气为空白背景，录制光谱图，基线应大于 75% 透光率；
2690 除在 3440cm^{-1} 及 1630cm^{-1} 附近因残留或附着水而呈现一定的吸收峰
2691 外，其他区域不应出现大于基线 3% 透光率的吸收谱带。使用前，溴
2692 化钾或氯化钾应预先研磨，过 200 目筛，并在 120°C 干燥 4 小时后分
2693 装并在干燥器中保存备用。若发现结块，则须重新干燥。

2694 2.2 干燥 制样前，应对样品是否需要干燥进行评价，宜首选不
2695 对样品进行干燥处理录制光谱图。如需干燥，可根据对照图谱上备注
2696 的“试样制备方法”中的干燥方法对样品进行干燥，也可采用各品种项
2697 下规定的干燥失重方法，可视待测成分情况适当增减干燥时间；如品
2698 种项下无干燥失重，对熔点低限在 135°C 以上且受热不分解的品种，
2699 可采用 105°C 干燥；对熔点在 135°C 以下或受热分解的品种，可在五
2700 氧化二磷真空干燥器中放置过夜。干燥处理方法需标注在录制的红外
2701 光谱图上。含结晶水的样品宜使用合适的干燥方式，以免风化。

2702 2.3 晶型 具有多晶现象的药用辅料，如未规定晶型时，可采用
2703 适当的溶剂进行转晶，能得到稳定晶型的品种，可收载对照图谱，在
2704 备注项下注明具体处理方法。对于难以得到稳定晶型的品种，则可使
2705 用对照品，采用适当的溶剂对供试品与对照品在相同条件下同时进行
2706 重结晶后，再依法测定比对。若经重结晶处理后，仍不能得到相同的
2707 晶型，则可采用溶液法测定光谱后比对录制。如已规定晶型的，则应
2708 采用相应药用晶型的对照品依法比对录制。

2709 2.4 压片法制成的片厚在 0.5mm 左右时，常可在光谱上观察到干

2710 涉条纹，对供试品光谱产生干扰。压片时可适当减少或增加溴化钾的
2711 取用量以消除或减弱干涉条纹。

2712 2.5 膜法制样时，如果是溶液样品，溶剂应易挥发。由于溴化钾
2713 片遇水会溶解受损，如果液体供试品含水，则应选择氟化钙或氟化钡
2714 片。

2715 2.6 在采用 ATR 测定时，需选择合适的晶体探头，并在图谱制备
2716 方法处备注 ATR 晶体材质。金刚石晶体：适用于硬质固体、颗粒、
2717 聚合物、糊剂、液体，可耐受所有 pH 范围；硒化锌晶体：适用于
2718 软质固体、糊剂、凝胶、液体，可耐受 pH 5~9 的范围，不适用于
2719 强酸或强碱样品；锗晶体：适用于具有高吸收的样品，如：填充炭黑
2720 的聚合物，O 形圈、垫片和黑色橡胶轮胎等。

2721 2.7 在进行气体测定时，样品在注入吸收池前必须保证干燥；样
2722 品测定完毕后，应该用干燥空气彻底冲洗吸收池和连接吸收池入口的
2723 管道，以免它们所吸附的样品污染下次测定的结果；气体池要注意防
2724 水防潮，不使用时，置于干燥器中保存。

2725 2.8 为更好地考察研磨对谱图的影响，建议采用轻微研磨、适度
2726 研磨（以得到高质量的谱图为首要原则）、过度研磨三种方式进行样
2727 品处理。如三张谱图差异较大，需对样品及录制过程进行深入细致的
2728 研究。

2729 四、制图的要求及注意事项

2730 1. 光谱图的横坐标为波数(cm^{-1})，纵坐标为透光率(T%)。

2731 2. 光谱图推荐采用分辨率为 2cm^{-1} 条件进行绘制（如有特殊分辨
2732 率的要求，建议在图谱记载的基本信息中详细描述），基线一般控制
2733 透光率在 90% 左右，供试品取样量一般控制在使其最强吸收峰透光
2734 率在 5% ~ 10% 之间。

2735 3. 不同聚合度的药用辅料对照图谱，仅适用于鉴别是否为该类
2736 物质，而非用于区分药用辅料聚合度。

2737 4. 含不同数量结晶水的品种 CAS 号不同时，应录制含对应数量
2738 结晶水的样品对照图谱；若 CAS 号相同时，首选录制脱水处理后的
2739 样品对照图谱。

2740 5. 制图环境及注意事项按《中国药品检验标准操作规范》要求。
2741 制图过程中应特别注意室内空气中水汽和二氧化碳吸收对光谱的干
2742 扰。二氧化碳的吸收在 2350cm^{-1} 和 667cm^{-1} ，水汽的吸收则分布在
2743 3000cm^{-1} 两侧及 $1800\sim 1500\text{cm}^{-1}$ 的宽范围内(此为水汽吸收带的转动
2744 结构，不同于吸附水在 3400cm^{-1} 及 1630cm^{-1} 附近的宽吸收带)，如
2745 干扰明显，应随时作背景扣除。

2746 五、光谱图数据后期处理的要求

2747 数据处理软件应满足药典委后期建设数据库的要求；原则上不建
2748 议对谱图进行平滑处理，因为可能会导致一些峰的数据丢失，可采用
2749 适宜的扫描次数或仪器自身推荐的扫描次数来获得较为优化的信噪
2750 比，亦可通过优化供试品片制作的均匀性和透明度，来改善谱图信噪
2751 比质量。

2752 1. 根据红外谱图解析要求，标示光谱图中的吸收峰波数（详见
2753 报送材料要求 1.3 光谱图）。

2754 2. 对于特殊波数处的吸收峰如水吸收峰，因录制时无法完全排
2755 除干扰的这类吸收峰，可在图谱备注中进行说明，无需对某波数处的
2756 吸收峰进行对比。

2757 六、报送材料要求

2758 1. 各品种的红外对照图谱（纸质版和电子版）

2759 每幅对照图谱应记载基本信息、试样制备方法、光谱图、光谱图

2760 解析，和文献光谱（如 Sadtler 库光谱等，如果有）。

2761 1.1 基本信息

2762 包括中文名、英文名、结构式、分子式、CAS 号、特殊分辨率
2763 要求，按照《中国药典》2020 年四部收录的药用辅料相关信息进行
2764 编写。结构式统一使用 Chemdraw 软件绘制，并提供原始 CDX 文件
2765 （结构式上无需标注分子式和分子量）。

2766 1.2 试样制备方法

2767 主要有压片法、糊法、膜法、溶液法、衰减全反射法和气体吸收
2768 法。详细描述试样的特殊处理方法，如对于含微量水分或有引湿性的
2769 液体样品的干燥，建议列出推荐的处理方法。

2770 1.3 光谱图

2771 每个品种分三段波数出具三张图谱：4000~400 cm^{-1} （不标示吸
2772 收峰的波数）、4000~2000 cm^{-1} （标示吸收峰的波数）、2000~400 cm^{-1}
2773 （标示吸收峰的波数）。

2774 1.4 光谱图解析

2775 针对官能区主要特征峰进行解析。

2776 2. 起草说明（纸质版和电子版）

2777 3. 各品种的红外原始谱图数字化数据（电子版）

2778

2779 附件 2: 《中国药典》药用辅料标准与 ICH Q3C 协调方案

2780

2781 药用辅料的残留溶剂是指在药用辅料生产中使用或产生的,且未
2782 能完全去除的有机挥发性化合物,不包括特意用作药用辅料的溶剂和
2783 溶剂化物。

2784 药用辅料残留溶剂的控制应参照 ICH Q3C 的要求,根据药用辅
2785 料的生产工艺和可能应用的制剂需要,对药用辅料中的残留溶剂进行
2786 风险评估和相应控制,以确保药用辅料的质量、安全及功能满足药品
2787 的需要。基于风险评估确定需要在标准中列入残留溶剂检查项的,应
2788 采用适宜的经过验证的分析方法检测。

2789 药用辅料残留溶剂风险评估应基于有效控制的生产工艺和充分
2790 的验证数据,药用辅料变更时应对残留溶剂进行必要的再评估。

2791 《中国药典》药用辅料品种正文中是否设置“残留溶剂”检查项,
2792 药用辅料的残留溶剂均应符合要求。

2793 (1) 对于《中国药典》新增或新修订品种

2794 除特殊情况外,《中国药典》药用辅料品种正文不收录残留溶剂
2795 检查项。无论《中国药典》药用辅料品种正文是否收录,药用辅料的
2796 残留溶剂均应符合要求。

2797 《中国药典》药用辅料品种正文在确定是否收录残留溶剂检查项
2798 时,可参考如下原则:

2799 ① 《中国药典》收录的药用辅料的残留溶剂如包含 1 类溶剂(本
2800 文中溶剂分类均为 ICH Q3C 最新版本的分类,下同此原则),应
2801 在品种正文中设置残留溶剂检查项,并列明检测方法和限度。

2802 如有企业该品种不涉及上述残留溶剂,在该项目后增加限制条
2803 件,即在相应项目后备注如“(生产工艺中使用或产生时测定)”。

2804 ② 《中国药典》收录的药用辅料的残留溶剂如包含 2 类、3 类和

2805 没有足够毒理学数据的溶剂，一般不在品种正文中设置残留溶剂检查
2806 项。

2807 如产品中残留量较高，或风险较高，应在标示项中要求标示相应
2808 残留溶剂，即“【标示】应标示本品中残留溶剂***的限度”。

2809 如上述残留溶剂检测中涉及特殊的前处理方法或测定条件，可在
2810 品种正文后的“附”下列出测定方法。

2811 ③《中国药典》收载的药用辅料的残留溶剂如为 ICH Q3C 未列
2812 入的溶剂，如环氧乙烷等，应通过对溶剂的安全性、产品的使用情况、
2813 工艺控制水平以及国内外药典控制情况进行多方评估，必要时在品种
2814 正文中设置检测项目和限度。

2815 (2) 对于《中国药典》已收载品种

2816 针对《中国药典》药用辅料品种正文中已经收载的残留溶剂检查
2817 项，根据各方反馈意见，及时组织开展研究和修订。

2818

2819 附件 3: 《中国药典》药用辅料标准与 ICH Q3D 协调方案

2820 (一)药用辅料元素杂质的评估和控制是药品中元素杂质控制的
2821 重要环节。

2822 《中国药典》药用辅料品种正文是否设置元素杂质控制项目,药
2823 用辅料生产企业均应配合使用企业参照 ICH Q3D 的要求,根据药用
2824 辅料的生产工艺和所用制剂的需要,采用适宜的经过验证的分析方法
2825 进行评估,根据评估结果确定合适的风险控制方法,必要时制定合理
2826 的标准,确保元素杂质满足药品质量控制要求。

2827 药用辅料中的元素杂质风险评估应基于有效控制的生产工艺和
2828 充分的验证数据,进行风险评估时需要考虑的元素可参考 ICH Q3D
2829 表 5.1,并可用风险评估信息表(见附表)进行元素杂质风险评估与
2830 控制的确认。药用辅料变更时应对元素杂质进行必要的再评估。

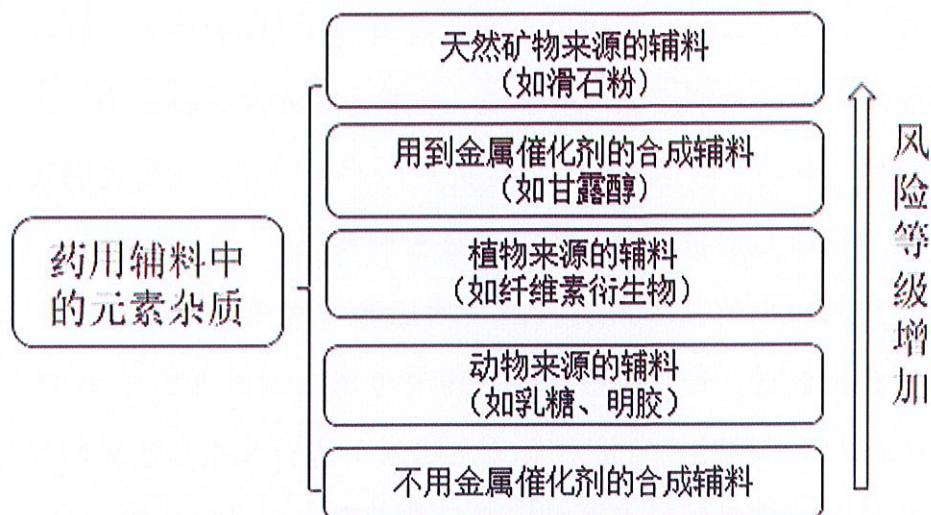
2831 (二)药品已经按照 ICH Q3D 的要求进行了元素杂质评估和控
2832 制的,其药用辅料可不需要再按《中国药典》药用辅料品种正文中的
2833 元素杂质相关检查项目(包括重金属、砷盐及其他 ICH Q3D 表 5.1
2834 中的元素相应检查)进行检测来证明符合规定。

2835 (三)药用辅料中元素杂质来源主要包括起始原料引入的元素杂
2836 质和工艺过程中引入的元素杂质(如:有意添加的元素杂质、仪器设
2837 备或容器密封系统引入的元素杂质等)。

2838 通过工艺过程中引入的元素杂质,企业往往可以通过工艺过程的
2839 改进以及工艺过程控制进行有效的控制,一般无需在国家药品标准中
2840 进行控制。

2841 通过原料引入的元素杂质,可根据原料来源的不同,将元素杂质
2842 风险分成不同等级:低风险时,一般可以通过改变原料供应商、优化
2843 工艺等进行控制,一般无需在国家标准中进行控制;高风险时,在考

2844 虑过程控制除去元素杂质的可能性的基础上,企业可以制定合理的内
 2845 部质量标准或与制剂企业在质量协议中进行规定,国家标准可以结合
 2846 下述(四)(五)两项,在典型的批数据的基础上制定合理的国家标
 2847 准。药用辅料中元素杂质风险等级可参考下图:



2848

2849 (四) 根据 ICH Q3D 指导原则, 可根据安全风险高低以及在药
 2850 品中存在的可能性将元素杂质分为以下几类。

2851 1. 第一类包括砷 (As)、镉 (Cd)、铅 (Pb)、汞 (Hg), 通
 2852 常在天然来源药用辅料中存在较多 (如: 矿物中), 由于其毒性以及
 2853 存在的可能性, 在所有《中国药典》药用辅料标准研究的评估中均应
 2854 考虑。

2855 2. 第二类元素杂质通常是给药途径依赖的毒素, 根据其出现在
 2856 药品中的相对可能性, 可细分为 2A 类和 2B 类。2A 类包括钴 (Co)、
 2857 镍 (Ni)、钒 (V), 由于出现在药品中的相对可能性较高, 在所有
 2858 《中国药典》药用辅料标准研究的评估中均应考虑。。

2859 2B 类元素包括银 (Ag)、金 (Au)、铱 (Ir)、锇 (Os)、钯
 2860 (Pd)、铂 (Pt)、铑 (Rh)、钌 (Ru)、硒 (Se)、铊 (Tl), 由
 2861 于其天然丰度较低且与其他物料共生的可能性较低, 除非有意添加,
 2862 在所有《中国药典》药用辅料标准研究的评估中一般可不考虑。

2863 3. 第三类元素杂质包括钡 (Ba)、铬 (Cr)、铜 (Cu)、锂 (Li)、
2864 钼 (Mo)、锑 (Sb)、锡 (Sn)，由于其口服给药途径的毒性相对
2865 较低 (高 PDE 值，通常 > 500 $\mu\text{g}/\text{天}$)，应用在口服给药制剂中的药
2866 用辅料，在所有《中国药典》药用辅料标准研究的评估中一般可不考
2867 虑，应用在吸入和注射给药时一般需进行考虑 (除非该给药途径特定
2868 的 PDE 值高于 500 $\mu\text{g}/\text{天}$)。

2869 4. 其他元素包括铝 (Al)、硼 (B)、钙 (Ca)、铁 (Fe)、钾
2870 (K)、镁 (Mg)、锰 (Mn)、钠 (Na)、钨 (W)、锌 (Zn)，
2871 由于监管差异或固有毒性低，这些元素杂质的 PDE 未被确定，《中
2872 国药典》药用辅料标准研究中可参考相关标准和要求。

2873 (五) 根据 ICH Q3D 指导原则，可将既定 PDE 值的 30% 定义为
2874 控制阈值，作为实测元素杂质水平显著性的衡量指标。控制阈值可用
2875 于判断是否需要额外的控制。药品中的元素杂质可能超过控制阈值，
2876 但不能超过 PDE。药用辅料中元素杂质水平可能超过控制阈值，甚至
2877 可能超过 PDE。

2878 《中国药典》药用辅料标准研究中元素杂质的评估与控制可以参
2879 考控制阈值的方法，控制阈值主要参考元素杂质口服 PDE，必要时参
2880 考特定给药途径 (如注射用、吸入用) 的 PDE。

2881 风险评估结果显示低于控制阈值的元素一般认为安全风险较低，
2882 在保证其他质量属性不受影响的情况下 (如有些元素杂质在低于控制
2883 阈值水平时可能对原辅料的降解起到催化作用)，一般不用额外的控
2884 制，也无需在《中国药典》药用辅料标准中设置检查项。

2885 评估结果显示药用辅料中某一元素可能高于控制阈值甚至高于
2886 PDE 时，存在可能导致下游制剂中元素杂质水平超过 PDE 的风险，
2887 药用辅料生产企业需要如实报告元素杂质水平，进行必要的过程控制

2888 并在企业标准或质量协议中进行规定。《中国药典》药用辅料标准中
 2889 应在综合考虑样品的代表性、测试方法的准确性、工艺除去的可能性、
 2890 应用情况及各国药典的收载情况的基础上，必要时设置特定元素杂质
 2891 检测项，并制定合理限度。

2892

2893 附表 1： 药用辅料供应商元素杂质风险评估信息表

| 品种名称： | | | | | | | | |
|--|----|------------|-----------------|----|------|------|------|-------------------|
| 来源： <input type="checkbox"/> 天然（ <input type="checkbox"/> 矿物 <input type="checkbox"/> 植物 <input type="checkbox"/> 动物 <input type="checkbox"/> 发酵） <input type="checkbox"/> 半合成 <input type="checkbox"/> 合成 <input type="checkbox"/> 其他 | | | | | | | | |
| 给药途径： <input type="checkbox"/> 口服 <input type="checkbox"/> 注射 <input type="checkbox"/> 吸入 <input type="checkbox"/> 其他 | | | | | | | | |
| 元素 | 类 | 是否有 意添加 | 在风险管理中 是否要考虑 | 含量 | 分析方法 | 检测限 | 定量限 | 说明（元素来源， 控制方式） |
| 镉 Cd | 1 | * | 是 | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 铅 Pb | 1 | * | 是 | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 砷 As | 1 | * | 是 | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 汞 Hg | 1 | * | 是 | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 钴 Co | 2A | * | 是 | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 钒 V | 2A | * | 是 | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 镍 Ni | 2A | * | 是 | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 铊 Tl | 2B | * | * | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 金 Au | 2B | * | * | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 钯 Pd | 2B | * | * | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 铱 Ir | 2B | * | * | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 钨 Os | 2B | * | * | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 铑 Rh | 2B | * | * | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 钌 Ru | 2B | * | * | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 硒 Se | 2B | * | * | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 银 Ag | 2B | * | * | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 铂 Pt | 2B | * | * | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 锂 Li | 3 | * | * | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 锑 Sb | 3 | * | * | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 钡 Ba | 3 | * | * | ** | *** | **** | **** | ***** |

| | | | | | | | | |
|------|---|---|---|----|-----|------|------|-------|
| 钼 Mo | 3 | * | * | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 铜 Cu | 3 | * | * | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 锡 Sn | 3 | * | * | ** | *** | **** | **** | ***** |
| 铬 Cr | 3 | * | * | ** | *** | **** | **** | ***** |

2894 注：* 是/否。

2895 ** 可以使用声明：① “小于控制阈值”；② “最高水平：< X ppm” ③实测值

2896 ***填写实际检测方法

2897 ****填写方法实际检测限/定量限

2898 *****简要说明可能的引入方式，及控制策略（如：定期检验/跳检），需制定标准的填写标准限度

2899

2900 附表 2: 《中国药典》药用辅料标准元素杂质评估报告

2901

2902

XXXX 药用辅料《中国药典》标准

2903

元素杂质评估报告

2904 评估报告起草单位:

2905 评估报告起草日期:

2906

2907

一、品种概况

2908

(一) 生产工艺

2909

2910 要求: 给出常见的工艺, 包括起始物料、关键中间过程、有无催
2911 化剂、有无化学反应、发酵或精制等等信息, 必要时可以分别列出并
2912 简要介绍。如:

2912

2913 经文献查阅和生产企业调研, XXXX 生产方法: ①主要采用...为
2914 起始原料, ②有无催化剂, ③工艺关键步骤, ④合成、发酵、精制...

2914

工艺一: XXXX

2915

工艺二: XXXX

2916

(二) 应用范围

2917

2918 要求: 描述作用及所应用的剂型(给药方式)等信息。

2918

2919 如: 参考 FDA 非活性组分数数据库 IIG 或者辅料手册等信息。

2919

(三) 各国药典元素杂质检查项收载情况

2920

2921 要求: 给出《中国药典》2020 年版收载情况, 包括检测项目、
2922 方法、限度等信息, 给出国外药典收载情况, 包括但不限于
2923 USP/EP/JP, 给出具体版本信息。如:

2923

2924 中国药典现状: 重金属(0821 第一法) 5 ppm。

2924

国外药典收载情况: USP 无元素杂质检查, EP 无元素杂质检查,

2925 JP 无元素杂质检查。

2926 (四) 样品收集情况

2927 要求：给出总批数以及涉及到的厂家及各厂家批数情况。

2928 如：总共 x 批，共涉及 y 个厂家。样品信息见表 1。

2929 表 1 样品信息情况

| | | | | | | |
|------|--|--|--|--|--|--|
| 厂家名称 | | | | | | |
| 批数 | | | | | | |

2930 二、元素杂质的评估

2931 (一) 评估元素的选择

2932 要求：结合 ICH Q3D 表 5.1 和 XXXX 的工艺及用途确定。如：

2933 口服：1 类元素砷 (As)、镉 (Cd)、汞 (Hg)、铅 (Pb)，

2934 2A 类元素钴 (Co)、镍 (Ni)、钒 (V) 共 7 种元素。

2935 口服+注射：1 类元素砷 (As)、镉 (Cd)、汞 (Hg)、铅 (Pb)，

2936 2A 类元素钴 (Co)、镍 (Ni)、钒 (V)，3 类元素中的锂 (Li)、

2937 锑 (Sb)、铜 (Cu) 共 10 种元素。

2938 口服+注射+吸入或者口服+吸入：1 类元素砷 (As)、镉 (Cd)、

2939 汞 (Hg)、铅 (Pb)，2A 类元素钴 (Co)、镍 (Ni)、钒 (V)，3

2940 类元素锂 (Li)、锑 (Sb)、铜 (Cu)、钡 (Ba)、钼 (Mo)、锡

2941 (Sn)、铬 (Cr) 共 14 种元素。

2942 (二) 元素杂质的考察

2943 要求：给出元素评估的分析方法。

2944 如：采用...法，建立 x 种元素的定量分析方法，并进行方法学验

2945 证。

2946 1. 仪器与仪器参数

2947 要求：给仪器及仪器方法参数等信息

2948 **2.试剂与试药**

2949 要求：给出所用到的试剂、试药、对照品、标准溶液、内标溶液
2950 等相关信息。

2951 **3. 测定法**

2952 要求：给出各相关溶液的配制信息等。

2953 **(三) 方法学验证**

2954 要求：可参考各国药典、元素杂质评估相关指导原则，进行方法
2955 学验证，并写出方法学验证的项目及验证结果，如以下几个方面：

2956 **1.检测限和定量限**

2957 要求：给出检测方法、计算方式及结果等。

2958 表 2 检测限和定量限

| 元素 | 检测限（单位：如 ng/ml） | 定量限（单位： 如 ng/ml） |
|----|--------------------|---------------------|
| / | / | / |

2959 **2.线性和范围**

2960 要求：给出检测方法、计算方式及结果等。

2961 表 3 各元素线性方程

| 元素 | 线性回归方程 | 线性相关系数 |
|----|--------|--------|
| / | / | / |

2962 **3.精密度**

2963 要求：给出检测方法、计算方式及结果等。

2964 表 4 精密度试验测定结果

| 元素 | 标准溶液 | | | | | | RSD% |
|----|------|---|---|---|---|---|------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | |
| | | | | | | | |

2965 **4. 准确度**

2966 要求：给出检测方法、计算方式及结果等。按实际考察元素填写。

2967 表 5 元素回收率结果

| 份数 | Cd | Pb | As | Hg | Co | Ni | V |
|------------|----|----|----|----|----|----|---|
| 1 | | | | | | | |
| 2 | | | | | | | |
| 3 | | | | | | | |
| 4 | | | | | | | |
| 5 | | | | | | | |
| 6 | | | | | | | |
| 平均值 (%) | | | | | | | |
| RSD% | | | | | | | |

2968 5.重复性

2969 要求：给出检测方法、计算方式及结果等。按实际考察元素填写。

2970 表 6 重复性试验结果表

| 元素 | 样品 x (ng/g) | | | | | | 平均值 (ng/g) |
|----|-------------|---|---|---|---|---|------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | |
| Cd | | | | | | | |
| Pb | | | | | | | |
| As | | | | | | | |
| Hg | | | | | | | |
| Co | | | | | | | |
| Ni | | | | | | | |
| V | | | | | | | |

2971 (四) 样品测定

2972 要求：给出检测方式、原始结果等。

2973 如：取样品，依法制备供试品溶液，测定，结果详见附表。

2974

2975

三、评估结果及结果分析

2976

(一) 评估结果统计表

2977

要求：给出汇总后的结果，按实际考察元素填写。

2978

如：评估结果见表 7。

2979

表 7 评估结果

| 元素 | 推荐允许浓度 (ppm) | | | 推荐控制浓度 (控制阈值 ppm) | | | 超过允许浓度情况 (厂家：批数/ 总批数) | | | 超过控制阈值情况(厂 家：批数/总批数) | | |
|------|-----------------|-----|-----|----------------------|------|------|-----------------------------|----|----|-------------------------|----|----|
| | 口服 | 注射 | 吸入 | 口服 | 注射 | 吸入 | 口服 | 注射 | 吸入 | 口服 | 注射 | 吸入 |
| 镉 Cd | 0.5 | 0.2 | 0.3 | 0.15 | 0.06 | 0.09 | | | | | | |
| 铅 Pb | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.15 | 0.15 | 0.15 | | | | | | |
| 砷 As | 1.5 | 1.5 | 0.2 | 0.45 | 0.45 | 0.06 | | | | | | |
| 汞 Hg | 3 | 0.3 | 0.1 | 0.9 | 0.09 | 0.03 | | | | | | |
| 钴 Co | 5 | 0.5 | 0.3 | 1.5 | 0.15 | 0.09 | | | | | | |
| 镍 Ni | 20 | 2 | 0.6 | 6 | 0.6 | 0.36 | | | | | | |
| 钒 V | 10 | 1 | 0.1 | 3 | 0.3 | 0.03 | | | | | | |
| 锂 Li | / | 25 | 2.5 | / | 7.5 | 0.75 | | | | | | |
| 锑 Sb | / | 9 | 2 | / | 2.7 | 0.6 | | | | | | |
| 铜 Cu | / | 30 | 3 | / | 9 | 0.9 | | | | | | |
| 钡 Ba | / | / | 30 | / | / | 9 | | | | | | |
| 钼 Mo | / | / | 1 | / | / | 0.3 | | | | | | |
| 锡 Sn | / | / | 6 | / | / | 1.8 | | | | | | |
| 铬 Cr | / | / | 0.3 | / | / | 0.09 | | | | | | |

2980

2981

2982 **(二) 结果分析**

2983 **要求：对测定元素进行逐一分析。参考例子如下：**

2984 **元素 1：未发现超过控制阈值的情况，品种整体含元素 1 风险较**
2985 **小，建议不在《中国药典》药用辅料标准中设置检查项。**

2986 **元素 2：只有 X 厂家（占总厂家百分比）的 Y 批样品（占样品**
2987 **量百分比）超过控制阈值，其余厂家均未有超过控制阈值的情况，品**
2988 **种整体含元素 2 风险较小，建议不在《中国药典》药用辅料标准中设**
2989 **置检查项。**

2990 **元素 3：有 X 厂家（占总厂家百分比）的 Y 批样品（占样品量**
2991 **百分比）超过注射/吸入控制阈值/推荐允许浓度，该品种供注射/吸入**
2992 **使用时，元素 3 有超过 PDE 的风险，建议在《中国药典》药用辅料**
2993 **标准中设置检查项，并标注“（供注射/吸入用时测定）”。**

2994 **元素 4：有 X 厂家（占总厂家百分比）的 Y 批样品（占样品量**
2995 **百分比）超过口服控制阈值/推荐允许浓度，该品种整体含元素 4 风**
2996 **险较大，建议在《中国药典》药用辅料标准中设置检查项。**

2997 **四、修订建议**

2998 **要求：给出《中国药典》标准制定修订建议，列出检查方法和限**
2999 **度等内容。参考如下：**

3000 **一、需要删除的元素杂质相关检查项，如重金属、砷盐、钡盐、**
3001 **镉盐等。**

3002 **二、需要增订或设置的元素杂质相关检查项。**

3003 **元素 1：完整方法描述及限度等内容。**

3004 **元素 2（供***使用时测定）：完整方法描述及限度等内容。**

3005

三、其他建议。

3006

3007

备注：如原始结果内容较多，可在此作为附表。

3008

附表：检验原始结果汇总表（单位：ppb）

| 生产企业 | Cd | Pb | As | Hg | Co | Ni | V |
|----------|------|-------|-------|----|------|--------|------|
| 企业1（17批） | 0.49 | 8.96 | 11.75 | / | 0.49 | 6.87 | 0.59 |
| | 0.59 | 12.27 | 1.68 | / | 0.49 | 21.88 | 0.99 |
| | 0.69 | 12.56 | 11.08 | / | 0.49 | 24.04 | 0.89 |
| | 0.19 | 4.36 | 16.85 | / | / | 7.43 | 0.29 |
| | 1.28 | 19.42 | 16.76 | / | 0.69 | 34.12 | 1.28 |
| | 0.29 | 5.06 | 9.03 | / | 0.49 | 5.26 | 0.19 |
| | 0.19 | 10.71 | 11.11 | / | 2.77 | 154.72 | 0.49 |
| | / | 4.07 | 10.24 | / | 0.19 | 7.35 | 0.19 |
| | / | 4.97 | 10.04 | / | 0.69 | 4.77 | 0.29 |
| | 0.1 | 3.9 | 14.6 | / | 0.1 | 4.8 | 0.3 |
| | 0.19 | 5.28 | 13.65 | / | 0.19 | 5.38 | 0.39 |
| | / | 1.49 | 14.18 | / | 0.19 | 3.29 | 0.29 |
| | 0.09 | 3.78 | 14.65 | / | / | 3.78 | 0.09 |
| | / | 3.04 | 11.89 | / | 0.19 | 8.64 | 0.39 |
| | / | 1.77 | 1.28 | / | / | 8.69 | / |
| | 0.09 | 2.65 | 1.28 | / | / | 11.32 | / |
| | / | 3.62 | 0.68 | / | 0.09 | 12.45 | / |
| 企业2（6批） | 0.09 | 5.16 | 2.08 | / | 0.29 | 4.77 | / |
| | 0.19 | 6.23 | 1.28 | / | 0.59 | 15.13 | 0.09 |
| | / | 9.17 | 1.09 | / | / | 3.29 | 0.09 |
| | / | 1.97 | 2.07 | / | 2.07 | 48.36 | 0.49 |
| | / | 2.38 | 1.19 | / | / | 12.33 | / |
| | / | 2.89 | 0.99 | / | 0.49 | 27.37 | / |
| 企业3（8批） | 0.09 | 3.78 | 0.89 | / | 0.29 | 5.48 | 0.09 |
| | / | 1.98 | 0.79 | / | 0.09 | 1.78 | 0.19 |
| | 0.09 | 4.63 | 0.59 | / | / | 1.28 | 0.19 |
| | 0.09 | 3.93 | 0.59 | / | / | 3.15 | 0.09 |

3009

3010 附件 4: 《中国药典》药用辅料功能类别术语中英文对照表

| 序号 | 《中国药典》2020 年版中 辅料功能类别术语 | 建议规范的 辅料功能类别术语 |
|-----|--|---|
| 1 | 药用辅料 pharmaceutical excipients | 药用辅料 pharmaceutical excipients |
| 2 | 络合剂 complexing agent | 络合剂 complexing agent |
| 2.1 | 螯合剂 chelating agent | 螯合剂 chelating agent |
| 2.2 | 包合剂 inclusion agents | 包合剂 inclusion agent |
| 3 | 保护剂 protective agent | 保护剂 protective agent |
| 3.1 | 冻干保护剂 freeze-drying protective agent | 冻干保护剂 freeze-drying protective agent |
| | 冷冻干燥辅料 freeze-drying protective agent | |
| | 疏松剂 bulking agent | |
| 4 | 崩解剂 disintegrant | 崩解剂 disintegrant |
| 5 | 包衣剂 coating agent | 包衣剂 coating agent |

| 序号 | 《中国药典》2020年版中 辅料功能类别术语 | 建议规范的 辅料功能类别术语 |
|-----|---|--|
| | 包衣材料 coating agent | |
| | 薄膜包衣剂 film coating agent | |
| 5.1 | 缓释包衣材料 sustained-release coating agent | 缓释包衣剂 sustained-release coating agent |
| 6 | 增塑剂 plasticizers | 增塑剂 plasticizer |
| 7 | 保湿剂 humectant | 保湿剂 humectant |
| 8 | 表面活性剂 surfactant | 表面活性剂 surfactant |
| 9 | 成膜剂 film-forming agent | 成膜剂 film-forming agent |
| | 成膜材料 film-forming agent | |
| 10 | 芳香剂 fragrance | 芳香剂 fragrance |
| 11 | 发泡剂 foaming agent | 起泡剂 foaming agent |

| 序号 | 《中国药典》2020年版中 辅料功能类别术语 | 建议规范的 辅料功能类别术语 |
|------|--------------------------------|--------------------------------|
| | 起泡剂 foaming agent | |
| 12 | 矫味剂 flavoring agent | 矫味剂 flavoring agent |
| | 调味剂 flavoring agent | |
| 12.1 | 甜味剂 sweetening Agent | 甜味剂 sweetening agent |
| 13 | 基质 base | 基质 base |
| 13.1 | 软膏基质 ointment base | 软膏基质 ointment base |
| 13.2 | 栓剂基质 suppository base | 栓剂基质 suppository base |
| 14 | 抗黏着剂 anti-adhesive agent | 抗黏着剂 anti-adhesive agent |
| 15 | 抗氧增效剂 antioxidant synergist | 抗氧增效剂 antioxidant synergist |
| 16 | 抗氧化剂 antioxidant | 抗氧化剂 antioxidant |
| | 抗氧化剂 antioxidant | |

| 序号 | 《中国药典》2020年版中 辅料功能类别术语 | 建议规范的 辅料功能类别术语 |
|------|--|--|
| 17 | 抗结块剂 anticaking agent | 抗结块剂 anticaking agent |
| 18 | 助流剂 glidant | 助流剂 glidant |
| 19 | 空气置换剂 air replacement agent | 空气置换剂 air replacement agent |
| | 空气取代剂 air replacement agent | |
| 20 | 空心胶囊 vacant capsule shell | 空心胶囊 vacant capsule shell |
| 21 | 用于胶囊剂的制备 for preparation of capsules | 用于胶囊剂的制备 for preparation of capsules |
| 21.1 | 用于迟释胶囊剂的制备 for preparation of delayed-release capsules | 用于迟释胶囊剂的制备 for preparation of delayed-release capsules |
| 22 | 用于硬胶囊 for preparation of hard capsule shells | 用于硬胶囊的制备 for preparation of hard capsule shell |
| 23 | 冷凝剂 condensing agent | 冷凝剂 condensing agent |
| 24 | pH调节剂 pH modifier | pH调节剂 pH modifier |

| 序号 | 《中国药典》2020年版中 辅料功能类别术语 | 建议规范的 辅料功能类别术语 |
|------|--------------------------------------|--------------------------------------|
| 24.1 | 碱化剂 alkalizing agent | 碱化剂 alkalizing agent |
| | 抗酸剂 alkalizing agent | |
| 24.2 | 酸化剂 acidifying agent | 酸化剂 acidifying agent |
| 25 | 皮肤渗透促进剂 skin penetration enhancer | 皮肤渗透促进剂 skin penetration enhancer |
| | 渗透促进剂 penetration enhancer | |
| | 吸收促进剂 absorption enhancer | |
| 26 | 抛射剂 propellant | 抛射剂 propellant |
| | 气雾剂抛射剂 Aerosol propellant | |
| 27 | 溶剂 solvent | 溶剂 solvent |
| 28 | 乳化剂 emulsifier | 乳化剂 emulsifier |
| 29 | 润湿剂 wetting agent | 润湿剂 wetting agent |

| 序号 | 《中国药典》2020年版中 辅料功能类别术语 | 建议规范的 辅料功能类别术语 |
|------|-------------------------------------|-------------------------------------|
| 30 | 润滑剂 lubricant | 润滑剂 lubricant |
| 31 | 柔软剂 emollient agent | 柔软剂 emollient agent |
| 32 | 吸附剂 adsorbent | 吸附剂 adsorbent |
| 33 | 释放调节剂 release-modifying agent | 释放调节剂 release-modifying agent |
| | 释放阻滞剂 release-retarding agent | |
| | 阻滞剂 release-retarding agent | |
| 34 | 渗透压调节剂 osmotic pressure adjuster | 渗透压调节剂 osmotic pressure adjuster |
| 35 | 填充剂 filler | 填充剂 filler |
| 36 | 稀释剂 diluent | 稀释剂 diluent |
| 37 | 稳定剂 stabilizer | 稳定剂 stabilizer |
| 37.1 | 蛋白稳定剂 protein stabilizer | 蛋白稳定剂 protein stabilizer |

| 序号 | 《中国药典》2020年版中 辅料功能类别术语 | 建议规范的 辅料功能类别术语 |
|----|--------------------------------------|--------------------------------------|
| 38 | 抑菌剂 preservative | 抑菌剂 preservative |
| 39 | 压敏胶黏剂 pressure-sensitive adhesive | 压敏胶黏剂 pressure-sensitive adhesive |
| 40 | 硬化剂 stiffening agent | 硬化剂 stiffening agent |
| 41 | 着色剂 colouring agent | 着色剂 colouring agent |
| 42 | 增黏剂 viscosity-increasing agent | 增黏剂 viscosity-increasing agent |
| 43 | 增稠剂 thickener | 增稠剂 thickener |
| 44 | 助悬剂 suspending agent | 助悬剂 suspending agent |
| 45 | 增塑剂 plasticizer | 增塑剂 plasticizer |
| 46 | 增溶剂 solubilizing agent | 增溶剂 solubilizing agent |
| 47 | 消泡剂 defoaming agent | 消泡剂 defoaming agent |
| 48 | 吸收剂 absorbing agent | 吸收剂 absorbing agent |

| 序号 | 《中国药典》2020年版中 辅料功能类别术语 | 建议规范的 辅料功能类别术语 |
|------|--|---|
| 48.1 | 二氧化碳吸收剂 carbon dioxide absorbing agent | 二氧化碳吸收剂 carbon dioxide absorbing agent |
| 49 | 絮凝剂 flocculant | 絮凝剂 flocculant |
| 50 | 反絮凝剂 deflocculant | 反絮凝剂 deflocculant |
| 51 | 助滤剂 filter-aid | 助滤剂 filter-aid |
| 52 | 助溶剂 cosolvent | 助溶剂 cosolvent |
| 53 | 黏合剂 binder | 黏合剂 binder |
| | 骨架缓释片黏合剂 binder | |
| 54 | 载体材料 carrier | 载体 carrier |
| 54.1 | 干粉吸入剂载体 dry powder inhalation carrier | 干粉吸入剂载体 dry powder inhalation carrier |
| 54.2 | 油脂性载体 oleaginous carrier | 油脂性载体 oleaginous carrier |

| 序号 | 《中国药典》2020年版中 辅料功能类别术语 | 建议规范的 辅料功能类别术语 |
|------|---------------------------------------|---------------------------------------|
| 54.3 | 缓释材料 sustained-release material | 缓释材料 |
| | 控制释放载体 controlled-release carrier | sustained-release material |
| 55 | 胶凝剂 gelatinizing agent | 胶凝剂 gelling agent |
| 56 | 缓冲剂 buffering agent | 缓冲剂 buffering agent |
| 57 | 过滤介质 filtering medium | 过滤介质 filtering medium |
| 58 | 遮光剂 opacifying agent | 遮光剂 opacifying agent |
| 59 | 分散剂 dispersing agent | 分散剂 dispersing agent |
| 60 | 吸湿剂 moisture-absorbing agent | 吸湿剂 moisture-absorbing agent |
| 61 | 防水剂 water-repelling agent | 防水剂 water-repelling agent |
| 62 | 酒精变性剂 alcohol denaturant | 酒精变性剂 alcohol denaturant |
| 63 | 脂质体膜材 liposomal film-forming agent | 脂质体膜材 liposomal film-forming agent |

| 序号 | 《中国药典》2020年版中 辅料功能类别术语 | 建议规范的 辅料功能类别术语 |
|----|---------------------------------------|-------------------|
| / | 解酸剂 antacid agent | / |
| / | 局部止痛剂 topical pain-relieving agent | / |
| / | 泡腾剂 effervescent agent | / |

3011 注：/表示拟删除该类别术语。

3012

3013 本版修订说明

3014

3015 本版基于《国家药用辅料标准编写细则》2020年版主要修订的
3016 内容标为红色。本版主要修订内容：

3017 1、增加第一部分 名词术语，并按名词术语对正文举例进行了规
3018 范；

3019 2、调整性状项下溶解度到注中，明确性状中“澄清”表述原则；

3020 3、检查项“金属离子与重金属”“硒或砷”修改为“元素杂质”，

3021 删去“重金属”相关例子和内容，增加 ICHQ3D 协调内容；

3022 4、增加 ICH Q3C 协调内容；

3023 5、更新“细菌内毒素或热原”内容、红外鉴别格式；

3024 6、检查项增加“脂肪酸组成”；

3025 7、增加红外对照图谱录制细则；

3026 8、增加辅料功能类别术语中英文对照；

3027 9、明确注中多项时的顺序；

3028 10、按近期公示稿更新举例；

3029 11、光谱、色谱等项目篇幅较长的内容进行分段处理。

《国家药用辅料标准编写细则》反馈意见表

| 行号 | 原文 | 建议修改为 | 说明 | 反馈意见单位及联系电话 |
|----|----|-------|----|-------------|
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

备注：请一个意见填写一行，“行号”栏标注首行编号。