

附件:

山梨醇溶液

Shanlichun Rongye

Sorbitol Solution

本品为山梨醇、少量的单糖、多糖及其他麦芽糖醇、甘露醇等的混合物，系部分水解淀粉经氢化制得的。

本品含 D-山梨糖醇 ($C_6H_{14}O_6$) 为不少于 45.0% (g/g) (非结晶山梨醇溶液); 含 D-山梨糖醇 ($C_6H_{14}O_6$) 为不少于 64.0% (g/g) (结晶山梨醇溶液)。

【性状】 本品为澄清、无色、糖浆状液体。

比旋度 取本品约 7.0g, 置 50ml 量瓶中, 加硼砂 6.4g 与水 40ml。静置 1h, 偶尔摇动, 用水稀释至刻度。(如溶液不澄清, 应滤过), 依法测定 (通则 0621), 比旋度应为 $+1.5^\circ$ 至 $+3.5^\circ$ (非结晶山梨醇溶液); 比旋度应为 0° 至 $+1.5^\circ$ (结晶山梨醇溶液)。

电导率 取本品 50.0ml, 作为供试品溶液; 另取新沸放冷的纯化水 100ml 作为空白溶液。将供试品溶液与空白溶液置 $25^\circ\text{C}\pm 1^\circ\text{C}$ 的水浴中保温 1 小时后, 缓缓搅拌, 用电导率仪测定, 以铂黑电极作为测定电极, 先用空白溶液冲洗电极 3 次后, 测定空白溶液的电导率, 其电导率值应不得过 $5.0\mu\text{S}/\text{cm}$ 。取出电极, 再用供试品溶液冲洗电极 3 次后, 测定供试品溶液的电导率, 经空白校正后, 不得过 $10\mu\text{S}/\text{cm}$ 。

【鉴别】 (1) 取本品约 1.4g, 加水 75ml 使溶解, 作为供试品溶液; 取上述溶液 3ml 至 15cm 试管, 加新制 10% 的邻苯二酚试液 3ml, 摇匀, 加硫酸 6ml, 摇匀, 加热 30s, 即显深粉色或酒红色。

(2) 在含量测定项下记录的色谱中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 酸度 取本品 1.4g, 加水至 10ml, 依法 (通则 0631), pH 值应为 5.0-7.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 7.0g, 置 50ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀, 依法检查 (通则 0901 与通则 0902), 溶液应澄清无色。

还原糖 取本品适量 (含无水物 3.3g), 置锥形瓶中, 加 3ml 水使溶解, 加碱性枸橼酸铜试液 20ml, 加玻璃珠或沸石数粒, 加热使在 4~6 分钟内沸腾, 保持沸腾 3 分钟。迅速冷却, 加 2.4% (V/V) 的冰醋酸溶液 100ml 和精密加入 0.05mol/L 的碘滴定液 20ml, 摇匀, 加 6% (V/V) 的盐酸溶液 25ml (沉淀应完全溶解。如有沉淀, 继续加该盐酸溶液至沉淀完全溶解), 用硫代硫酸钠滴定液 (0.05mol/L) 滴定, 近终点时加淀粉指示液 2ml, 继续滴定至蓝色消失。终点消耗硫代硫酸钠滴定液 (0.05mol/L) 的体积不得小于 12.8ml (含还原糖以葡萄糖计, 不得过 0.3%)。

总糖 取本品 6.0g (非结晶山梨醇溶液), 置 250ml 磨口烧瓶中, 加水 35ml、盐酸溶液 (1.0 mol/L) 约 40ml, 加玻璃珠或沸石数粒, 加热回流 4 小时, 放冷, 加溴麝香草酚蓝试液 0.2ml 作为指示剂, 用氢氧化钠试液中和。冷却并用水稀释至 100ml。

取上述溶液 3.0ml, 置锥形瓶中, 加水 5ml、碱性枸橼酸铜试液 20ml, 加玻璃珠或沸石

数粒，加热使在 4~6 分钟内沸腾，保持沸腾 3 分钟。迅速冷却，加 2.4% (V/V) 的冰醋酸溶液 100ml 和精密加入 0.05mol/L 的碘滴定液 20ml，摇匀，加 6% (V/V) 的盐酸溶液 25ml (沉淀应完全溶解。如有沉淀，继续加该盐酸溶液至沉淀完全溶解)，用硫代硫酸钠滴定液 (0.05mol/L) 滴定，近终点时加淀粉指示液 1ml，继续滴定至蓝色消失。终点消耗硫代硫酸钠滴定液 (0.05mol/L) 的体积不得小于 8.0ml (含总糖以葡萄糖计，不得过 9.3%)。

乙二醇和二甘醇 取本品 2g，置于 25ml 量瓶，加入溶剂 (丙酮: 水=96: 4) 1ml，涡旋混合 3 分钟，将剩余的溶剂均分为三次加入，且需每次加入溶剂后涡旋混合 3 分钟，作为供试品溶液；分别取乙二醇对照品和二甘醇对照品适量，用相同溶剂稀释为 0.08mg/ml 的混合对照品溶液。照气相色谱法(通则 0521)试验，以 14% 氰丙基苯基二甲基聚硅氧烷为固定液的毛细管柱为色谱柱；起始温度为 70℃，维持 2 分钟，以每分钟 50℃ 的速率升温至 270℃，维持 5 分钟；进样口温度为 240℃，检测器温度为 300℃；分流比为 10:1。取混合对照品溶液 1 μ l，注入气相色谱仪，乙二醇峰和二甘醇峰的分离度应符合要求。分别取供试品溶液和混合对照品溶液各 1 μ l，注入气相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，乙二醇峰面积不得大于混合对照品溶液中乙二醇峰面积 (0.1%)；二甘醇峰面积不得大于混合对照品溶液中二甘醇峰面积 (0.1%)。

水分 应为 28.5%-31.5% (通则 0832)。

铅 取本品 20g，置于 100ml 量瓶，用同体积的稀醋酸和水制得的溶剂溶解稀释至刻度。转移至 250ml 分液漏斗中，依次加饱和吡咯烷二硫代氨基甲酸铵溶液 (约 10mg/ml) 2ml、甲基异丁基酮 10ml，避光条件下，振摇 30s，避光静置使分层，分取甲基异丁基酮层作为供试品溶液。取本品 20g，置于 100ml 量瓶，用同体积的稀醋酸和水制得的溶剂溶解稀释至刻度。转移至 250ml 分液漏斗中，分别加入铅标准溶液 (10ppm) 0.5ml、1.0ml、1.5ml，加饱和吡咯烷二硫代氨基甲酸铵溶液 (约 10mg/ml) 2ml、甲基异丁基酮 10ml，避光条件下，振摇 30s，避光静置使分层，分取甲基异丁基酮层分别作为对照品溶液 (1)、对照品溶液 (2)、对照品溶液 (3)。同法不加样品制备空白溶液，照原子吸收分光光度法 (通则 0406 第二法)，在 283.3nm 波长处测定，绘制标准曲线，计算供试品溶液中铅的含量。以无水物计，含铅量不得过千万分之五。

镍 取本品 20g，置于 100ml 量瓶，用稀醋酸溶解稀释至刻度。转移至 250ml 分液漏斗中，依次加饱和吡咯烷二硫代氨基甲酸铵溶液 (约 10mg/ml) 2ml、甲基异丁基酮 10ml，避光条件下，振摇 30s，避光静置使分层，分取甲基异丁基酮层作为供试品溶液。取本品 20g，置于 100ml 量瓶，用稀醋酸溶解稀释至刻度。转移至 250ml 分液漏斗，分别加入镍标准溶液 (10ppm) 0.5ml、1.0ml、1.5ml，加饱和吡咯烷二硫代氨基甲酸铵溶液 (约 10mg/ml) 2ml、甲基异丁基酮 10ml，避光条件下，振摇 30s，避光静置使分层，分取甲基异丁基酮层分别作为对照品溶液 (1)、对照品溶液 (2)、对照品溶液 (3)。同法不加样品制备空白溶液，照原子吸收分光光度法 (通则 0406 第二法)，在 232.0nm 波长处测定，绘制标准曲线，计算供试品溶液中镍的含量。以无水物计，含镍量不得过百万分之一。

微生物限度 取本品，依法检查 (通则 1105 与通则 1106)，每 1ml 中需氧菌总数不得过 1000cfu，霉菌和酵母菌总数不得过 100cfu，不得检出大肠杆菌。

【含量测定】精密称取本品约 1g，置 50ml 量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另取山梨醇对照品约 55mg，精密称定，置 5ml 量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。分别取甘露醇和山梨醇各约 55mg，置 5ml 量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，作为系统适用性溶液（测定非结晶山梨醇溶液按此操作）。另取山梨醇对照品约 65mg，精密称定，置 5ml 量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。分别取甘露醇和山梨醇各约 65mg，置 5ml 量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，作为系统适用性溶液（测定结晶山梨醇溶液按此操作）。

照高效液相色谱法（通则 0512）测定，用磺化交联的苯乙烯二乙烯基苯共聚物为填充剂的强阳离子钙型交换柱（或分离效能相当的色谱柱）；以水为流动相；流速为 0.5ml/min，柱温为 72~85℃；示差折光检测器，检测器温度为 35℃。取系统适用性溶液 20 μ l 注入液相色谱仪，甘露醇峰与山梨醇峰的分离度应大于 2。精密量取对照品溶液与供试品溶液各 20 μ l 分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】药用辅料，甜味剂。

【贮藏】密封保存。

起草单位：沈阳药科大学 024-23986325