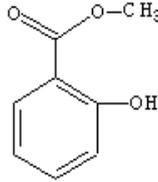


附件：水杨酸甲酯药用辅料标准草案公示稿

水杨酸甲酯

Shuiyangsuan Jiazhi

Methyl Salicylate



$C_8H_8O_3$ 152.15

[119-36-8]

本品为 2-羟基苯甲酸甲酯，系由水杨酸与甲醇在硫酸催化下酯化反应合成制得。含 $C_8H_8O_3$ 应为 98.0%~102.0% (g/g)。

【性状】 本品为无色至淡黄色的液体；有特殊的香气。

本品与乙醇或冰醋酸能任意混合，在水中极微溶解。

相对密度 本品的相对密度（通则 0601）在 25℃时应为 1.180~1.185。

折光率 本品的折光率（通则 0622）应为 1.536~1.538。

【鉴别】 (1) 取本品 1 滴，加水 5ml，振摇后，加三氯化铁试液 1 滴，即显紫色。

(2) 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间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 酸度 取本品 5ml，加新沸过的冷水 25ml，振摇，静置，分取水层，加酚磺酞指示液数滴，如显黄色，加氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）0.25ml，应变为紫红色。

有关物质 取本品适量，精密称定，加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液，作为供试品溶液。

精密量取供试品溶液适量，用甲醇稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液，作为对照溶液。

取 4-羟基间苯二甲酸二甲酯对照品适量，精密称定，加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液，作为对照品溶液。

照含量测定项下的色谱条件，检测波长为 300nm。

精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各 20 μ l，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。供试品溶液色谱图中如有与 4-羟基间苯二甲酸二甲酯保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，不得过 0.5%，其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰峰面积（0.1%）。

苯酚 取苯酚对照品适量，精密称定，加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2 μ g 的溶液，作为对照品溶液。

照含量测定项下的色谱条件，检测波长为 270nm。

精密量取有关物质项下供试品溶液与苯酚对照品溶液各 20 μ l，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液色谱图中如有与苯酚峰保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，

含苯酚不得过 0.02%。

重金属

【含量测定】照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.1%磷酸溶液（55:45）为流动相，检测波长为 237nm。取水杨酸甲酯和 4-羟基间苯二甲酸二甲酯对照品适量，加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中分别含水杨酸甲酯 10 μ g 与 4-羟基间苯二甲酸二甲酯 50 μ g 的混合溶液，作为系统适用性溶液，取 20 μ l 注入液相色谱仪，记录色谱图，理论塔板数按水杨酸甲酯峰计算不低于 5000，水杨酸甲酯峰和 4-羟基间苯二甲酸二甲酯峰的分离度应大于 3.0。

测定法 取本品适量，精密称定，加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.15mg 的溶液，作为供试品溶液，精密量取 20 μ l，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取水杨酸甲酯对照品适量，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】药用辅料—矫味剂等。

【贮藏】密封保存。

注:本品在空气中露置易变质，遇铁会变色。本品与乙醇或冰醋酸能任意混合，在水中极微溶解。

起草单位：吉林省药品检验研究院

联系电话：0431-80833233

水杨酸甲酯药用辅料标准草案起草说明

根据 ICH Q3D 指导原则，对本品的元素杂质进行评估后删除现行标准中的重金属。

根据药用辅料标准编写细则，对性状项下溶解度和类别进行文字调整。