

3003) 檢查之，如起混濁，不得較 0.02N 硫酸 0.1mL 對照試驗所起者為濃(約 20ppm)。

- (5) 砷——取本品 2g 用水稀釋至 35mL，按照砷檢查法(通則 3006) 檢查之，其所含砷之限量為 2ppm。
- (6) 重金屬——取本品 4.0g，加 0.1N 鹽酸 2mL，用水稀釋至 25mL，按照重金屬檢查第一法(通則 3005) 檢查之，其所含重金屬之限量為 5ppm。
- (7) 易碳化物——取 25-mL 玻塞量筒，用硫酸濕潤後，使其瀝乾十分鐘。取本品 6.25g，加硫酸 5mL，用力震搖一分鐘，放置一小時，溶液之色不得較比合液 I(通則 3004) 為深。
- (8) 丙烯醛、葡萄糖及銨鹽——取本品 6.25g，加氫氧化鉀溶液(1→10) 5mL 混合，於 60° 放置五分鐘，不得變為黃色或放出氨臭。
- (9) 含氯化化合物——取本品 5g，精確稱定，置乾燥之 100-mL 圓底燒瓶內，加嗎啡啉，連接一磨砂接頭回流冷凝器，徐徐回流煮沸三小時。用水 10mL 洗滌冷凝器，洗液流入燒瓶內，然後小心加硝酸使呈酸性。然後將此溶液移入適當比色管內，加 0.1N 硝酸銀液 0.5mL，用水稀釋至 50.0mL，混勻。如起混濁不得較 0.02N 鹽酸 0.2mL 之對照試驗所起者為濃(30ppm)。
- (10) 脂肪酸及酯類——取本品 50g，加新煮沸之水 50mL 及 0.5N 氫氧化鈉液 5mL，煮沸五分鐘。放冷，以酚酞試液作為指示劑，用 0.5N 鹽酸滴定過剩之鹼，另作一空白試驗校正之。檢品所耗 0.5N 氫氧化鈉液不得超過 1mL。

含量測定：

過碘酸鈉溶液——取偏過碘酸鈉 60g，溶含 0.1N 硫酸 120mL 適量之水，使成 1000mL，溶解時不得加熱，如所成溶液不清，可以燒結玻璃漏斗過濾至清。此液置於玻塞阻光容器中貯之。按下述方法測定其可適用性：取此溶液 10.0mL，置 250-mL 容量瓶中，加水至容量，混勻。取甘油約 550mg 溶於水 50mL，以移液管量加上製之稀過碘酸鈉溶液 50mL。另取水 50mL，亦以移液管加稀過碘酸鈉溶液 50mL 作空白試驗。二液放置三十分鐘後，各加鹽酸 5mL，碘化鉀試液 10mL，旋搖混勻，放置五分鐘後，各加水 100mL，用 0.1N 硫代硫酸鈉液於不斷搖動中滴定之，殆近終點時，加澱粉試液 3mL 為指示劑，繼續滴定至終點。甘油—過碘酸混液與空白試驗所耗 0.1N 硫代硫酸鈉之容量比應為 0.750~0.765。

測定法——取甘油約 400mg，精確稱定，置一 600-mL 燒杯中，加水 50mL，用溴瑞香酚藍試液為指示劑，用 0.2N 硫酸滴定至綠或綠黃色，再用 0.05N 氫氧化鈉液滴定至全無綠意之藍色終點。另取水 50mL 同樣處理之作空白對照，二燒杯中各

加過碘酸鈉溶液 50mL，輕輕旋搖混和後，蓋以表玻璃，於室溫(35° 以下) 暗處或弱光下放置三十分鐘。加乙二醇與水之等容混液 10mL，放置二十分鐘，分別用水稀釋至 300mL 後以 0.1N 氫氧化鈉液滴定，用 pH 計測定其終點，檢品滴定至 pH8.1 ±0.1，空白對照，則滴定至 pH6.5 ±0.1。經校正後，每 mL 之 0.1N 氫氧化鈉液相當於 9.210mg 之 C₃H₈O₃。

貯藏法：本品應置於緊密容器內貯之。

用途分類：製劑輔助劑。

甘油栓

Glycerin Suppositories

本品所含 C₃H₈O₃ 以重量計應為 75.0~90.0%。

製法：本品製造時所用之原料及其用量如下：

甘油	91g
硬脂酸鈉	9g
蒸餾水	5g
共製約	100g

取甘油置蒸發皿內，在砂鍋上加熱至 115~120°，加硬脂酸鈉，用玻棒徐徐攪拌，保持此溫度達至硬脂酸鈉完全溶解為止，然後加蒸餾水混合均勻，趁熱傾入適當之模型中，冷卻後取出，即得。

鑑別：

- (1) 取硼砂 1g，溶於水 100mL，加酚酞試液 25 滴，混勻。取此溶液 0.5mL 置試管中，加熔融之本品 2 滴；溶液之石竹紅色消失，但此色於溶液加熱後復現。
- (2) 取本品十二粒，投置含水 125mL 之 250-mL 燒杯中，於電熱板加熱，冷後，加鹽酸 1.5mL，此混合液移置分液漏斗中，加己烷 75mL 抽提之。抽提液置燒杯中，於蒸汽鍋上蒸發近乾；殘留物按照紅外光吸光度測定法(通則 1008) 糊漿法測定之，其吸收光譜與硬脂酸對照標準品以同法測定者，僅於相同波長處呈最大吸收。

一般檢查：

水分——按照費氏水分測定法(通則 3010) 測定之，其本品所含水分不得超過 15.0%。

含量測定：取相當於甘油約 250mg 之本品，精確稱定，置 250-mL 容量瓶中，加水溶解並加至容量，混勻。以移液管取此溶液 5.0mL，置 250-mL 錐形燒瓶中，加以硫酸 3~5 滴使成酸性之稀硫酸(1→20) 40mL 與過碘酸鉀溶液(1→1000) 60mL 混液

50mL，於蒸氣鍋上加熱十五分鐘後，冷至室溫，加碘化鉀 1g。放置五分鐘，以 0.02N 硫代硫酸鈉液滴定之，接近終點時，加澱粉試液 3mL 為指示劑。另用水取代本品作一空白試驗校正之，每 mL 之 0.02N 硫代硫酸鈉相當於 0.4604mg 之 $C_{19}H_{38}O_4$ 。

貯藏法：本品應置於緊密容器內貯之。

用途分類：見甘油。

硬脂酸甘油單酯

Glyceryl Monostearate

別名：Monostearin

本品含飽和脂肪酸甘油單酯應在 90.0% 以上，主要硬脂酸甘油單酯 ($C_{21}H_{42}O_4$) 及棕櫚酸甘油單酯 ($C_{19}H_{38}O_4$)。

本品可含一適當之抗氧化劑。

性狀：

- (1)一般性狀——本品為白色蠟狀固體，或成珠狀，或成片狀，具輕微之脂肪臭與味，遇光則變質。
- (2)溶解度——本品溶於熱有機溶媒如乙醇、礦油、固定油、苯、乙醚及丙酮中，不溶於水，但可藉少量之肥皂或其他適當之表面活性劑分散於熱水中。
- (3)熔融溫度——本品之熔融溫度不得低於 55° (通則 1002)。

雜質檢查及其他規定：

- (1)熾灼殘渣——本品熾灼後，遺留殘渣不得超過 0.5% (通則 3002)。
- (2)酸價——本品之酸價不得超過 6 (通則 3009.5)。
- (3)碘價——本品之碘價不得超過 3 (通則 3009.8)。
- (4)皂化價——本品之皂化價應為 155~165 (通則 3009.6)。
- (5)羥價——本品之羥基價應為 300~330 (通則 3009.10)。
- (6)砷——取本品按砷檢查法檢查之 (通則 3006)，其所含砷之限量為 3ppm。
- (7)重金屬——取本品按重金屬檢查法 (通則 3005) 第二法檢查之，其所含重金屬限量為 10ppm。
- (8)游離甘油——
丙酸化劑——取吡啶 10mL 與丙酸酐 20mL 混合之。
內部標準品溶液——取丁酸甘油三酯適量，精確稱定，溶於氯仿，使成每 mL 約含 0.2mg 之溶液。
標準品溶液——取甘油約 15mg 及丁酸甘油三酯約 50mg 分別精確稱定，共置玻塞 25-mL 錐形瓶

中，加丙酸化劑 3mL，於 75° 加熱三十分鐘後，於室溫藉氮氣氣流之助，使丙酸化劑揮散，再加氯仿約 12mL 混合之，取此混液約 1mL，以氯仿稀釋至 20mL，混勻。

檢品溶液——取本品約 50mg，精確稱定，置玻塞 25-mL 錐形瓶中，以移液管加內部標準品溶液 5mL，混合使溶。置 45~50° 水鍋中，藉氮氣流之助蒸去氯仿後，加丙酸化劑 3mL，於 75° 加熱三十分鐘，於室溫藉氮氣流之助，使丙酸化劑揮散，再加氯仿 5mL，混勻。

層析裝置——氣相層析裝置，具火焰離子檢測器，4-mm×2.4-m 硼矽玻璃層析管，充填粒徑 80~100 篩目，被覆 2% 平均分子量約 15000 之高分子聚乙二醇及雙環氧化物，經與碳酸鈉混煉煅燒並經酸洗之矽藻土。層析管溫度為 190~200°，注入口及檢測器溫度分別為 300° 及 310°，用氮為攜行氣體，其流速為每分鐘約 70mL。取標準品溶液按照下述測定法注入六至十次層析之，記錄其波峯值，甘油酯化物及丁酸甘油三酯之分離率 R 不得小於 4.0，重複注入之相對標準差不得大於 2.0%。

測定法——取標準品溶液適量，注入層析裝置層析之，記錄其層析圖譜，分別測計丙酸三酯之波峯值 A_S 及丁酸三酯之波峯值 A_D ，按照下列公式計算其含量因數 F ：

$$(A_D / A_S) (W_S / W_D)$$

W_S 及 W_D ：分別為標準品溶液所含甘油及丁酸甘油三酯之 mg 數。

同樣取檢品溶液適量注入層析裝置層析之，由所得層析圖譜測計丙酸三酯及丁酸三酯之波峯值分別為 a_U 及 a_D ，按下式計算所含甘油百分數：

$$100F (a_U / a_D) (W_D / W_U)$$

W_D ：內部標準品溶液 5mL 所含丁酸三酯之 mg 數。

W_U ：檢品溶液所含硬脂酸甘油單酯之 mg 數。
本品所含甘油之限量為 1.2%。

含量測定：

丙酸化劑——取吡啶 10mL 與丙酸酐 20mL 混合之。
內部標準品溶液——取棕櫚酸鯨醇酯約 400mg，精確稱定，置 100-mL 容量瓶中，加氯仿溶解並加至容量，混勻。

標準品溶液——取甘油單酯對照標準品 (注意一使用前勿予乾燥，密塞阻光貯存) 約 50mg，精確稱定，置 25-mL 錐形瓶中，加內部標準品溶液 5.0mL，混勻後，置 45~50° 水鍋中，藉氮氣流之助使氯仿揮散，加丙酸化劑 3.0mL，於電熱板上加熱 75° 三十分鐘，藉氮氣流之助，使丙酸化劑於微