

附件：玉米朊药用辅料标准草案

玉米朊

Yumiruan

Zein

[9010-66-6]

本品系从玉米麸质中提取所得的醇溶性蛋白。按干燥品计算，含氮（N）量应为 13.1%~17.0%。

【性状】本品为黄色或淡黄色薄片，一面具有一定的光泽；或为黄色或淡黄色粉末。

本品在 80%~92%乙醇或 70%~80%丙酮中易溶，在水或无水乙醇中不溶。

【鉴别】~~(1)~~

~~(2)~~ (1) 取本品约 0.1g，加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 10ml 和硫酸铜试液数滴，置水浴中加热，即变为紫色。

~~(3)~~ (2) 取本品约 25mg，滴加硝酸 1ml，用力振摇，溶液变成亮黄色，再加 6mol/L 氨水 10ml，溶液即变为橙黄色。

~~(4)~~ (3) 取本品 10mg，置 10ml 离心管中，加溶剂（取异丙醇 55ml，β-巯基乙醇 2ml，加水至 100ml）10ml，用涡旋混合器混合振荡使样品完全溶解，再以 11000 转/分钟离心 10 分钟，取上清液作为供试品贮备液。

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，用盐酸调节 pH 值至 6.8，加丙三醇 20ml，十二烷基硫酸钠 4.0g，溴酚蓝 0.005g，加水至 100ml）(1:1)混合，将混合溶液置于密封的微量离心管中 95℃放置 10 分钟，再置冰浴中冷却，作为供试品溶液。

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

分别取标准蛋白溶液与供试品溶液各 10μl（上样量约为 5μg），照电泳法（通则 0541 第五法）测定，分离胶溶液为 30%丙烯酰胺溶液（取丙烯酰胺 60g 与亚甲基双丙烯酰胺 1.6g，加水至 200ml，滤纸滤过，避光保存）-分离胶缓冲液（取三羟甲基氨基甲烷 36.3g，加适量水溶解，用盐酸调节 pH 值至 8.8，加水稀释至 100ml）-20%十二烷基硫酸钠溶液-10%过硫酸铵溶液（临用新配）-四甲基乙二胺-水（3.5:1.5:0.08:0.1:0.01:5.3），电压为 100V，运行时间为 2.5 小时或前沿到达凝胶顶部。

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

【检查】己烷可溶物 取本品 1g（按干燥品计），精密称定，置 100ml 烧杯中，加入 85%乙醇 50ml，用磁力搅拌器搅拌，并加热至 30℃，使样品完全溶解。将供试品溶液转移至 250ml 分液漏斗中，加入正己烷 100ml，缓慢振摇混合后静置使分层，将上层（正己烷层）转移至已在 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。将正己烷提取液合并蒸干，80℃干燥至恒重，遗留残渣不得过 12.5%。

干燥失重 取本品，在 105℃干燥至恒重，减失重量不得过 8.0%（通则 0831）。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查（通则 0841），遗留残渣不得过 0.3%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（通则 0821 第二法），含重金属不得过百万分之二十。

微生物限度 取本品，依法检查（通则 1105 与通则 1106），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 10^2 cfu，不得检出大肠埃希菌。

【含量测定】取本品 0.2g，精密称定，照氮测定法（通则 0704 第一法）测定，计算，即得。

【类别】药用辅料，包衣材料和释放阻滞剂等。

【贮藏】密闭保存。

起草单位：吉林省药品检验研究院

联系电话：0431-80933233

玉米朊药用辅料标准修订说明

《中国药典》药用辅料标准玉米朊，其鉴别（1）为蛋白溶液的呈色反应，反应机理为蛋白质溶液中加入米伦试剂（酸性汞或酸性铅试剂），蛋白质产生沉淀，使用了有毒试剂醋酸铅。标准还同时收录了双缩脲反应的鉴别（2）和黄色反应的鉴别（3）。

该品种也收录于 USP43-NF38，有三项鉴别，分别对应《中国药典》的鉴别（2）、（3）、（4），无鉴别反应（1）。

综上所述，现行标准鉴别（2）、（3）可满足蛋白质呈色反应的专属性要求，故建议删除鉴别（1）。