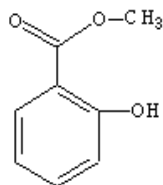


水杨酸甲酯

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 $C_8H_8O_3$ 不得少于 98.0 % (g/g)。

【性状】 本品为无色至淡黄色的液体；有特殊的香气，味甜而辣。

本品与乙醇或冰醋酸能任意混合，在水中微溶。

相对密度 本品的相对密度（中国药典 2015 年版四部通则 0601）在 25℃ 时为 1.180～1.185。

折光率 本品的折光率（中国药典 2015 年版四部通则 0622）为 1.536～1.538。

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

【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）0.45ml，应变为红色。

有关物质 取本品适量，精密称定，加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含水杨酸甲酯 10mg 的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用甲醇稀释制成每 1ml 中约含水杨酸甲酯 10μg 的溶液，作为对照溶液。照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0512）测定，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水（80:20）为流动相；检测波长为 300nm。理论塔板数按水杨酸甲酯峰计算不低于 2000。精密量取供试品溶液与对照溶液各 20μl，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。供试品溶液如有杂质峰，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积（0.1%）。

苯酚 取有关物质项下供试品溶液，作为供试品溶液；另取苯酚对照品适量，加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2μg 的溶液，作为对照品溶液。照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0512）测定，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水-冰醋酸（60:40:1）为流动相；检测波长为 270nm。苯酚峰与相邻杂质峰分离度应符合规定。精密量取对照品溶液与供试品溶液各 20μl，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对照品溶液色谱图中苯酚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%。

残留溶剂 甲醇 取本品，精密称定，加二甲基亚砷溶解并定量稀释制成每 1ml 中含水杨酸甲酯 0.1g 的溶液，再精密量取 5ml 置顶空瓶中，密封，作为供试品溶液；另取甲醇适量，精密称定，用二甲基亚砷定量稀释制成每 1ml 中含甲醇 0.3mg 的溶液，精密量取 5ml，置顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法（中国药典 2015 年版四部通则 0861

第二法)测定,用聚乙二醇(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度 40℃,维持 8 分钟,以每分钟 15℃升温至 140℃,再以每分钟 25℃升温至 210℃,维持 6 分钟;进样口温度为 230℃,FID 检测器温度为 250℃。顶空平衡温度为 80℃,平衡时间为 30 分钟。取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。按外标法以峰面积计算,应符合规定。

重金属 取本品 1g,依法检查(中国药典 2015 年版四部通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 取本品约 2g,精密称定,置锥形瓶中,精密加 0.5mol/L 乙醇制氢氧化钾溶液 50ml,附回流冷凝管,置水浴上加热 2 小时,放冷至室温,加新沸过的冷水 50ml 与酚酞指示液 3 滴,用盐酸滴定液(0.5mol/L)滴定,并将滴定结果用空白试验校正,即得。每 1ml 的 0.5mol/L 乙醇制氢氧化钾溶液相当于 76.08mg 的 $C_8H_8O_3$ 。

【类别】 药用辅料,矫味剂等。

【贮藏】 密封保存。

【起草单位】 吉林省药品检验所

【复核单位】 湖北省药品监督检验研究院