ICS 71.080.99
CCS G 17

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

生物合成熊去氧胆酸

Biosynthesis ursodeoxycholic acid

（报批稿）

工业和信息化部标准报批公示

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部　　发 布

前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC2）归口。

本文件起草单位：安徽科宝生物工程有限公司、安徽工匠质量标准研究院有限公司、中石化（北京）化工研究院有限公司、厦门市标准化研究院、安徽省产品质量监督检验研究院、合肥工业大学。

本文件主要起草人：郭庆、徐宾朋、张建安、李凯、赵露、黄煜、高伟、娄鹏祥、洪丽君、董寿丽、冯靖宇。

工业和信息化部标准报批公示

生物合成熊去氧胆酸

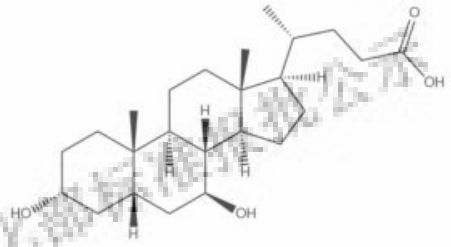
1 范围

本文件规定了生物合成熊去氧胆酸的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以鹅去氧胆酸或7-酮石胆酸为原料，以全细胞合成反应或生物酶法加工制备而成的生物合成熊去氧胆酸。

分子式：$C_{24}H_{40}O_4$

分子结构式：



相对分子质量：392.57（按2022年国际相对原子质量）

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 191 包装储运图示标志
GB/T 613 化学试剂比旋光本领（比旋光度）测定通用方法
GB/T 617 化学试剂熔点范围测定通用方法
GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法
GB/T 6678 化工产品采样总则
GB/T 6679 固体化工产品采样通则
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 7531 有机化工产品灼烧残渣的测定
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 16631 高效液相色谱法通则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 外观：白色或类白色粉末。
4.2 生物合成熊去氧胆酸应符合表1的技术要求。

工业和信息化部标准报批公示

表1 技术要求

项　　目	指　　标
初熔点，/℃	≥200
熊去氧胆酸，w/%	≥95.0
比旋度/[(°)·m²/kg]	+59.0~+62.0
干燥减量，w/%	≤1.0
灼烧残渣，w/%	≤0.5

5 试验方法

警示——试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和防护措施。

5.1 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的一级水。

5.2 外观的测定

取样品适量，置于白瓷盘中，在自然光下或日光灯下用目视法观察。

5.3 初熔点的测定

按 GB/T 617 的规定进行，记录初熔点。

5.4 熊去氧胆酸测定

5.4.1 方法提要

用液相色谱法，在选定的工作条件下，试样通过色谱柱使熊去氧胆酸与其它组分分离，用紫外检测器检测，外标法定量计算熊去氧胆酸的质量分数。

5.4.2 试剂和溶液

5.4.2.1 甲醇：色谱纯，经滤膜过滤并超声脱气。
5.4.2.2 磷酸溶液：取 1000ml 水，滴加磷酸调节 PH 值至 2~3，即得。
5.4.2.3 熊去氧胆酸标准品：已知含量的标准品。

5.4.3 仪器

5.4.3.1 高效液相色谱仪：配有可变波长紫外检测器，整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 16631 的规定；线性范围满足测定要求。
5.4.3.2 超声波处理器。
5.4.3.3 微孔过滤器：滤膜孔径 0.45 μm。
5.4.3.4 分析天平：感量 0.01 mg。

5.4.3.5 高效液相色谱操作条件

推荐的色谱柱和色谱操作条件见表2，熊去氧胆酸的高效液相色谱图参见附录A。其他能达到同等分离程度的色谱操作条件也可使用。

表 2　推荐的色谱柱和色谱操作条件

项目	条件
色谱柱	C18 色谱柱
色谱柱规格	柱长 250 mm，内径 4.6 mm，粒径 5 μm
流动相	甲醇：磷酸溶液=80：20
流速	0.8 mL/min
柱温/℃	35
检测波长/nm	210
进样量/μL	10

5.4.4　分析步骤

5.4.4.1　标样溶液的配制

称取 25 mg 熊去氧胆酸标准品（精确至 0.01 mg），置于 10 mL 容量瓶中，加适量甲醇超声溶解，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，经微孔过滤器过滤，备用。

5.4.4.2　试样溶液的配制

称取 25 mg 试样（精确至 0.01mg），置于 10 mL 容量瓶中，加适量甲醇超声溶解，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，经微孔过滤器过滤，备用。

5.4.4.3　测定

5.4.4.3.1　在上述色谱操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针峰面积响应值变化小于 1.0 %后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

5.4.4.3.2　将测得的两针试样溶液及试样前后两针标样溶液中熊去氧胆酸峰面积进行平均。

5.4.5　计算

熊去氧胆酸含量的质量分数w，按式（1）计算：

$$w = \frac{m_1 A_2 P}{m_2 A_1} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

A_1—标样溶液中，熊去氧胆酸峰面积的平均值；

A_2—试样溶液中，熊去氧胆酸峰面积的平均值；

m_1—熊去氧胆酸标准品称样量的准确数值，单位为毫克（mg）；

m_2—熊去氧胆酸样品称样量的准确数值，单位为毫克（mg）；

P—熊去氧胆酸标准品的质量分数，%。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定的报告结果，两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 1.0%。

5.5　比旋光度的测定

按GB/T 613的规定进行。 两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的10%。

5.6　干燥减量的测定

取试样1.0g（精确到0.1mg），按GB/T 6284的规定进行。两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的20%。

5.7 灼烧残渣的测定

取试样2.0g（精确到0.1mg），按 GB/T 7531 进行。其中灼烧温度为750℃。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件第4章要求中规定的所有项目均为出厂检验项目。

6.2 组批

在原材料、工艺不变的条件下，在一定周期内连续生产的、质量均匀的熊去氧胆酸为一批。

6.3 采样

按GB/T 6678、GB/T 6679的规定采样。取样量20 g,分装于两个干燥、清洁容器中，贴上标签并注明：产品名称、批号、取样人、取样日期。一份供检验用，另一份保存备查。

6.4 结果判定

检验结果的判定按 GB/T 8170 数值修约规则进行，检验结果有一项指标不符合本文件要求时，应重新双倍采样进行检验，重新检验的结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

产品的包装容器上应有牢固清晰的标志，其内容包括：

a) 产品名称；
b) 包装规格；
c) 生产企业名称和地址；
d) 本文件编号；
e) 生产日期或批号；
f) GB/T 191 规定的“怕雨”、“防晒”标志。

7.2 包装

内袋采用双层聚乙烯内膜袋包装，外包装为铁箍纸桶。

7.3 运输

产品在运输过程中，避免曝晒雨淋，注意轻装轻卸。

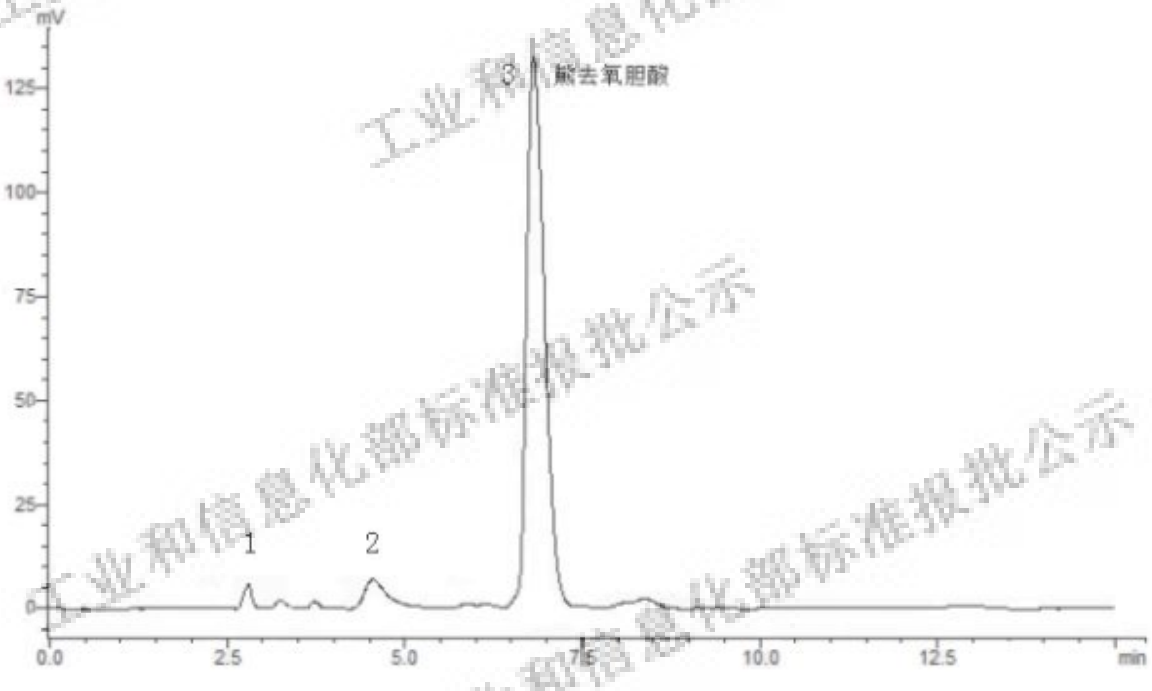
7.4 贮存

在常温条件下保存于干燥通风库房中，防潮，防雨淋，不得与其他物品混放。

工业和信息化部标准报批公示

附 录 A
（资料性）
熊去氧胆酸含量测定的高效液相色谱图

A.1 熊去氧胆酸含量测定的高效液相色谱图见图 A.1。



标引序号说明：
1、2——未知杂质峰；
3 ——熊去氧胆酸。

图 A.1 高效液相色谱图

工业和信息化部标准报批公示