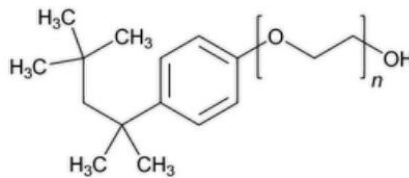


附件：辛基酚聚氧乙烯（9）醚药用辅料标准草案公示稿

辛基酚聚氧乙烯（9）醚

Xinjifen Juyangyixi（9）Mi

Octoxynol 9



[9002-93-1]

本品系由对-（1，1，3，3）-四甲基丁基苯酚与环氧乙烷聚合，再进一步链增长形成氧乙烯结构单元平均数（n）为9的化合物。以 $(\text{CH}_3)_3\text{C}(\text{CH}_2)\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{C}_6\text{H}_4(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_9\text{OH}$ 计，含量应为90.0%~110.0%。

【性状】本品为淡黄色透明黏稠的液体。

酸值 本品的酸值（通则 0713）应不大于0.2。

羟值 本品的羟值（通则 0713）应为85~101。

过氧化值 本品的过氧化值（通则 0713）应不大于10.0。

【鉴别】（1）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。

（2）本品的红外光吸收图谱应与对照图谱（附图）一致（通则 0402）。

【检查】 环氧乙烷和二氧六环 取本品1g，精密称定，置顶空瓶中，精密加入N，N-二甲基乙酰胺1.0ml和水0.2ml，密封，摇匀，作为供试品溶液。

精密量取环氧乙烷水溶液对照品适量，用水稀释制成每1ml中约含0.05mg的溶液，作为环氧乙烷对照品溶液。另取二氧六环对照品适量，精密称定，用水制成每1ml中约含0.1mg的溶液，作为二氧六环对照品溶液。

取本品1g，精密称定，置顶空瓶中，精密加入N，N-二甲基乙酰胺1.0ml，环氧乙烷对照品溶液与二氧六环对照品溶液各0.1ml，密封，摇匀，作为对照溶液。

精密量取环氧乙烷对照品溶液及二氧六环对照品溶液各0.1ml置顶空瓶中，加新配制的0.001%乙醛溶液0.1ml，再加入N，N-二甲基乙酰胺1.0ml，密封，摇匀，作为系统适用性（灵敏度）溶液。

顶空气相色谱法（通则 0521）试验，以聚二甲基硅氧烷为固定液，起始温度为35℃，维

持 5 分钟,以每分钟 5℃的速率升温至 180℃,再以每分钟 30℃的速率升温至 230℃,维持 5 分钟(根据分离情况调整时间)。进样口温度为 150℃,氢火焰离子化检测器温度为 250℃,顶空平衡温度为 70℃,平衡时间 45 分钟。取系统适用性(灵敏度)溶液进样,调节检测灵敏度使环氧乙烷和二氧六环峰高的信噪比均大于 10,乙醛峰和环氧乙烷峰的分离度不小于 2.0。

分别取供试品溶液及对照溶液顶空进样,重复进样至少 3 次。环氧乙烷峰面积的相对标准偏差应不得过 15%,二氧六环峰面积的相对标准偏差应不得过 10%。

按标准加入法计算,环氧乙烷不得过 0.0005%,二氧六环不得过 0.001%。

游离聚乙二醇 取本品约 10.0g,称重(m_0),置 250ml 烧杯中,加乙酸乙酯 100ml 使溶解,转移到分液漏斗中,用 5mol/L 氯化钠溶液 100ml 萃取,剧烈振摇 1 分钟,期间旋开活塞释放压力,再将分液漏斗横置于 50℃水浴中,右手按紧玻璃塞,左手托住活塞处,将活塞旋开以释放压力,轻轻旋摇分液漏斗均匀加热,防止水浴锅中液体进入分液漏斗的同时避免内部溶液流出,待内部温度升至 40~45℃,立即取出分液漏斗,擦干外壁,收集氯化钠溶液层。以相同的方式,用 5mol/L 氯化钠溶液 100ml 第二次提取乙酸乙酯层,将两次水提取物合并,丢弃乙酸乙酯层。用乙酸乙酯 100ml 以相同操作萃取合并的提取液,收集下层的氯化钠溶液。用三氯甲烷萃取氯化钠溶液 2 次,每次 100ml,将下层三氯甲烷层用滤纸过滤,合并三氯甲烷层,旋干。残渣用 25ml 丙酮溶解,用滤纸过滤,丙酮洗涤滤渣 2 次,每次 25ml,收集滤液至干燥洁净的烧瓶,称重(m_1),旋蒸除去丙酮。将上述烧瓶放入真空干燥箱 60℃真空干燥 1 小时,待冷却至室温后,称重(m_2)。游离聚乙二醇含量按照下式计算:

$$\text{游离聚乙二醇含量} = \frac{(m_2 - m_1)}{m_0} \times 100\%$$

含游离聚乙二醇含量不得过 1.0%。

水分 取本品 1.0g,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 0.5%。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841 第一法),遗留残渣不得过 0.4%。

【含量测定】照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 25mg 的溶液,作为供试品溶液。

取辛基酚聚氧乙烯(9)醚对照品适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 25mg 的溶液,作为对照品溶液。

取辛基酚聚氧乙烯(9)醚与壬基酚聚氧乙烯(9)醚对照品各适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 25mg 的溶液,作为系统适用性溶液。

以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水（4:1）为流动相，流速为每分钟 1.0 ml，检测波长为 280 nm。精密量取系统适用性溶液、对照品溶液、供试品溶液各 10 μ l 注入液相色谱仪，记录色谱图。辛基酚聚氧乙烯（9）醚与壬基酚聚氧乙烯（9）醚峰之间的分离度应不小于 2.0。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】润湿剂、增溶剂。

【贮藏】密封保存。

附：

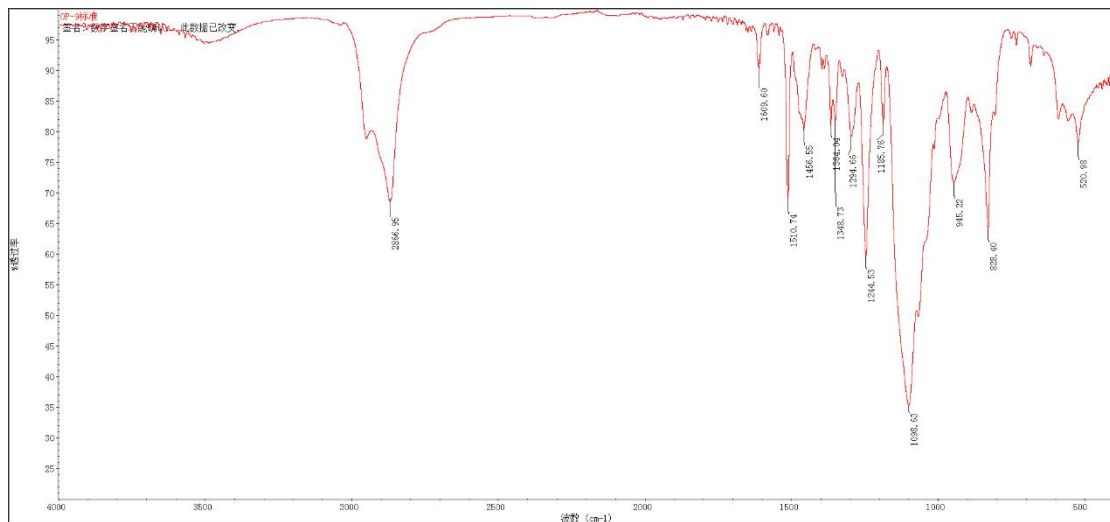


图 药用辅料辛基酚聚氧乙烯（9）醚红外光吸收对照图谱
（试样制备：膜法）

注：为满足制剂安全性要求，必要时，可对本品中的乙二醇和二甘醇进行控制。

起草单位：中国药科大学、江苏保易制药有限公司

联系方式：025-83271305

复核单位：陕西省食品药品检验研究院

辛基酚聚氧乙烯（9）醚质量标准起草说明

本品种在 USP-NF 现行版中有收载，收载名称为 Octoxynol 9。

1.性状：根据征集到样品的实际情况，参考 USP-NF 的相关信息，将本品性状拟订为淡黄色透明黏稠的液体。

2.酸值、羟值、过氧化值：检测方法参考中国药典通则相关规定，限度根据样品的检测情况，参考 USP-NF 的相关规定制定。

3.检查：由于本品为聚乙二醇类化合物，因此对环氧乙烷和二氧六环、游离聚乙二醇进行了检测，限度根据样品的检测情况，参考 USP-NF 的相关规定制定。水分、炽灼残渣为常

4.含量：参考 USP-NF 同品种正文的含量测定项下内容制定，壬基酚聚氧乙烯（9）醚结构式如下（n=9）：

