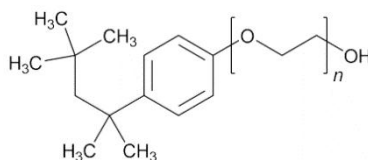


附件：辛基酚聚氧乙烯（40）醚药用辅料标准草案公示稿

辛基酚聚氧乙烯（40）醚

Xinjifen Juyangyixi（40）Mi

Octoxynol 40



[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 40 的化合物。以 $(\text{CH}_3)_3\text{C}(\text{CH}_2)\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{C}_6\text{H}_4(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_{40}\text{OH}$ 计，含量应为 90.0% ~ 110.0%。

【性状】本品为白色固体。

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 22~34。

过氧化值 取本品 10g，精密称定（W），置带搅拌子的烧杯中，加三氯甲烷-冰醋酸（2:3）混合液 30ml，振摇使溶解，加入碘化钾试液 0.5ml，准确振摇 1 分钟，加水 30ml，即为供试品溶液。

照电位滴定法（通则 0701），用硫代硫酸钠滴定液（0.01mol/L）滴定，记录第一突跃点消耗滴定液的体积（A），同时做空白试验，记录空白试验消耗硫代硫酸钠滴定液（0.01mol/L）的体积（B），并按照下式计算过氧化值，本品的过氧化值不得过 10.0。

$$\text{供试品的过氧化值} = \frac{10 \times (A - B)}{W}$$

【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，精密加水 1.0ml，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 2 μg 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 20 μg 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，精密加环氧乙烷对照品溶液与二氧六环对照品溶液各 0.5ml，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 0.5ml，置顶空瓶中，加新配制的 0.001%乙醛溶液 0.1ml，密封，摇匀，作为系统适用性（灵敏度）溶液。

照气相色谱法（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℃，然后以每分钟 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）溶液顶空进样，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 5，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不得过 15%，二氧六环峰面积的相对标准偏差不得过 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：

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

含游离聚乙二醇不得过 1.0%。

水分 取本品，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 中含 25mg 的溶液，作为供试品溶液。

取辛基酚聚氧乙烯(40)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。

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 1.0ml，检测波长为 280 nm。精密量取供试品溶液与对照品溶液各 10 μ l，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。对照品溶液重复进样 5 次，主峰峰面积的相对标准偏差不得过 2.0%。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】表面活性剂。

【贮藏】密封保存。

附：

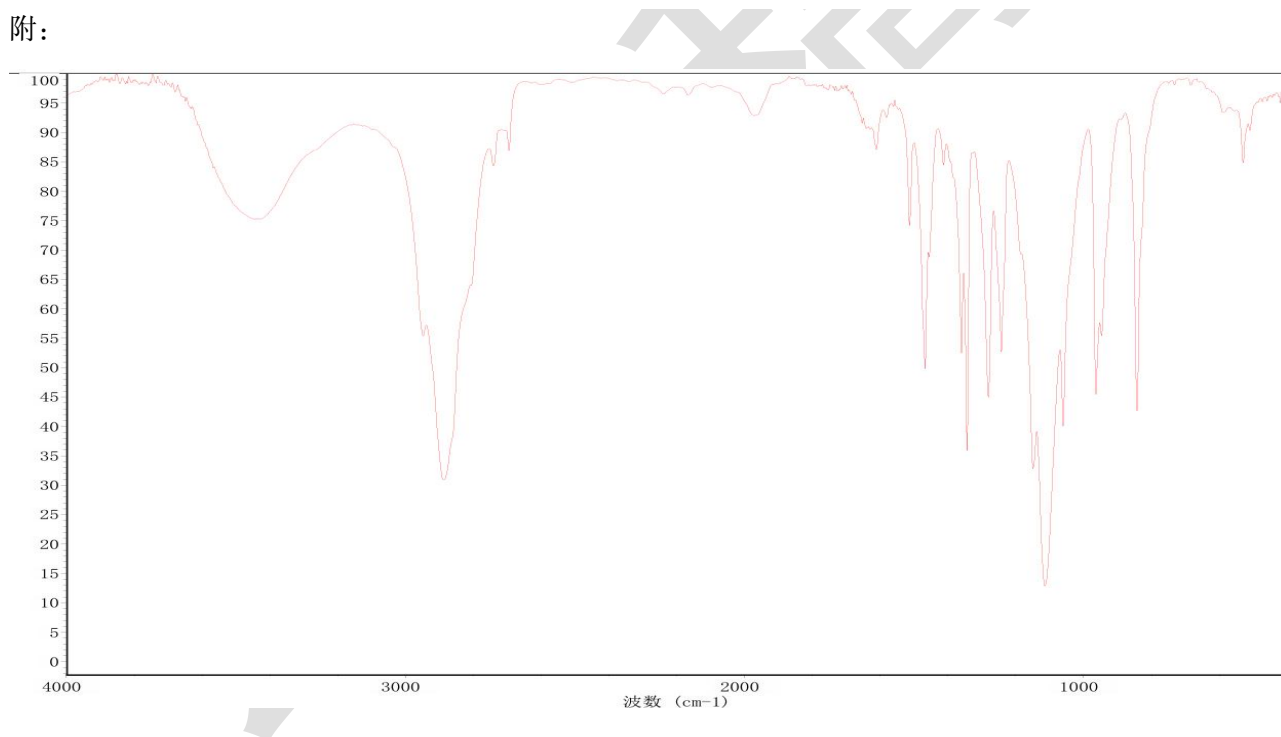


图 药用辅料辛基酚聚氧乙烯（40）醚红外光吸收对照图谱

（试样制备：KBr 压片法）

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：湖北省葛店人福药用辅料有限责任公司

联系方式：0711-3812302

复核单位：陕西省食品药品检验研究院

辛基酚聚氧乙烯（40）醚药用辅料标准起草说明

1.性状：根据收集到的样品描述。

2.酸值、羟值、过氧化值：根据收集样品的检测结果制定；过氧化值检测方法开发过程中为消除供试品对终点颜色变化的干扰，采用电位滴定法。

3.检查：本品制备工艺中涉及环氧乙烷聚合，游离聚乙二醇为环氧乙烷聚合工艺中的副产物，需关注两者的残留。