

色谱仪,记录色谱图。混合对照品溶液(1)中各组分脂肪酸甲酯峰间的分离度应不小于1.8,理论板数按己酸甲酯峰计算不低于30000。混合对照品溶液(2)中最小脂肪酸甲酯峰的信噪比应大于5。

取供试品溶液1 μ l,注入气相色谱仪,按面积归一化法以峰面积计算,含己酸不得过1.0%,辛酸不得过10.0%,癸酸不得过10.0%,月桂酸为40.0%~60.0%,十四烷酸为14.0%~25.0%,棕榈酸为7.0%~15.0%,硬脂酸不得过7.0%,油酸不得过11.0%,亚油酸不得过3.0%。

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1.5%。

炽灼残渣 取本品1.0g,依法检查(通则0841),遗留残渣不得过0.5%。

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十。

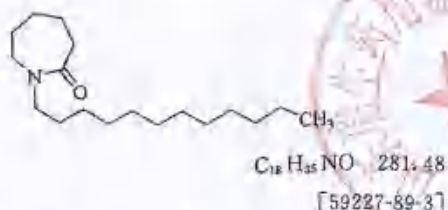
【类别】乳化剂和消泡剂等。

【贮藏】密闭保存。

月桂氮革酮

Yuegui Danzhuotong

Laurocapram



本品为1-十二烷基-六氢-2H-氮杂革-2-酮。含 $C_{18}H_{35}NO$ 应为97.0%~102.0%。

【性状】本品为无色透明的黏稠液体。

本品在无水乙醇、乙酸乙酯或环己烷中极易溶解,在水中不溶。

相对密度 本品的相对密度(通则0601)为0.906~0.926。

折光率 本品的折光率(通则0622)为1.470~1.473。

黏度 本品的运动黏度(通则0633第一法),毛细管内径1.2mm $\pm$ 0.05mm,在25 $^{\circ}$ C时为32~34mm²/s。

【鉴别】(1)取本品2ml,加甲醇2ml,加1mol/L盐酸羟胺溶液(临用新制)1ml,加氢氧化钾1粒,置水浴上加热,放冷,加三氯化铁试液1滴,摇匀,再置水浴上加热,溶液显棕紫色。

(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】**酸碱度** 取本品5ml,加中性乙醇5ml,加热使溶解,放冷,溶液遇石蕊试纸应显中性反应。

己内酰胺与有关物质 取本品约0.5g,置10ml量瓶中,加甲醇适量,振摇使溶解并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

另取己内酰胺对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中含0.05mg的溶液,作为对照品溶液。

照气相色谱法(通则0521)测定,用100%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱,起始温度为100 $^{\circ}$ C,维持1分钟,以每分钟15 $^{\circ}$ C的速率升温至240 $^{\circ}$ C,维持至主峰保留时间的2倍;检测器温度为300 $^{\circ}$ C;进样口温度为250 $^{\circ}$ C。

取对照品溶液1 μ l注入气相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%,再精密量取供试品溶液和对照品溶液各1 μ l,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。

供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,与己内酰胺保留时间一致的杂质峰的峰面积不得大于对照品溶液主峰面积(0.1%),其他杂质峰按面积归一化法计算,单个杂质不得过1.5%,总杂质不得过3.0%。

溴化物 取本品1.0g,加水10ml,充分振摇,加盐酸3滴与三氯甲烷1ml,边振摇边滴加2%氯胺T溶液(临用新配)3滴,三氯甲烷层如显色,与标准溴化钾溶液(精密称取在105 $^{\circ}$ C干燥至恒重的溴化钾0.1489g,加水使溶解成100ml,摇匀)1.0ml,用同一方法制成的对照液比较,不得更深(0.1%)。

炽灼残渣 取本品2.0g,依法检查(通则0841),遗留残渣不得过0.1%。

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十。

【含量测定】照气相色谱法(通则0521)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用100%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱,起始温度为100 $^{\circ}$ C,维持1分钟,以每分钟15 $^{\circ}$ C的速率升温至240 $^{\circ}$ C,维持45分钟;检测器温度为300 $^{\circ}$ C;进样口温度为250 $^{\circ}$ C,理论板数按月桂氮革酮峰计算不低于10000,月桂氮革酮峰与内标物质峰的分度应符合要求。

测定法 取本品约20mg,精密称定,置10ml量瓶中,加内标溶液(取正己烷适量,加正己烷溶解并稀释成每1ml中含2mg的溶液,作为内标溶液)溶解并定量稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

精密量取1 μ l注入气相色谱仪,记录色谱图;另取月桂氮革酮对照品,同法测定。按内标法以峰面积计算,即得。

【类别】皮肤渗透促进剂。

【贮藏】遮光,密封保存。

附:

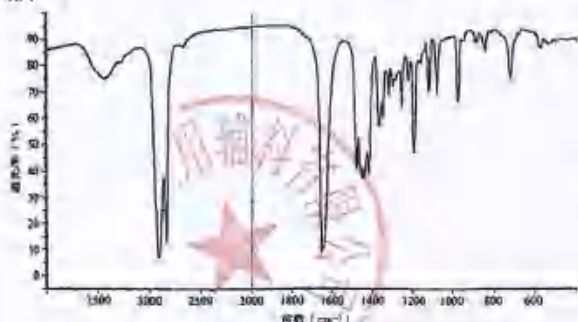


图 药用辅料月桂酰聚氧乙烯(6)甘油酯
(试样制备:膜法)

月桂酰聚氧乙烯(6)甘油酯

Yueguixian Juyangyixi(6) Ganyouzhi

Lauroyl Macroglycerides(6)

本品为甘油的单酯、二酯、三酯和聚乙二醇 300 的单酯、二酯的混合物。由饱和油脂加聚乙二醇部分醇解;或通过甘油和聚乙二醇 300 与脂肪酸酯化;或将甘油酯和脂肪酸聚氧乙烯酯混合得到。

【性状】本品为淡黄色蜡状固体。

本品在二氯甲烷中易溶。

酸值 本品的酸值(通则 0713)应不大于 2。

羟值 本品的羟值(通则 0713)应为 65~85。

碘值 本品的碘值(通则 0713)应不大于 2。

过氧化值 本品的过氧化值(通则 0713)应不大于 6。

皂化值 本品的皂化值(通则 0713)应为 190~204。

【鉴别】(1)取本品和月桂酰聚氧乙烯(6)甘油酯对照品各适量,分别加二氯甲烷溶解并稀释制成每 1ml 中含 50mg 的溶液,作为供试品溶液和对照品溶液。照薄层色谱法(通则 0502)试验,取上述两种溶液各 10 μ l,点于同一硅胶 G 薄层板,以乙醚-正己烷(7:3)为展开剂,展开,取出,晾干,置碘蒸气中显色至斑点清晰。供试品与对照品溶液均至少应显 5 个完全分离的清晰斑点,供试品溶液所显斑点的位置与颜色应与对照品溶液中各主斑点相同。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】碱性杂质 取本品 5.0g,分别加水 0.3ml、乙醇 10ml 和 0.4g/L 的中性溴酚蓝乙醇溶液 2 滴,混匀,用盐酸滴定液(0.01mol/L)滴定至上层溶液颜色变为黄色,消耗盐酸滴定液(0.01mol/L)的体积不得超过 1.0ml。

游离甘油 取本品 1.2g,加二氯甲烷 25ml 使溶解,必要时加热,放冷后,加水 100ml,边振摇边加入高碘酸钠溶液(称取高碘酸钠 0.445g 置 100ml 量瓶中,用 25%硫酸溶液 2.5ml 溶解后,再用冰醋酸稀释至刻度,即得)25ml,静

置 30 分钟,加入 75g/L 碘化钾溶液 40ml,静置 1 分钟,加入淀粉指示液 1ml,用硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定,同时做空白试验校正。每 1ml 硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)相当于 2.3mg 的甘油。含游离甘油不得过 3.0%。

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。

另取聚乙二醇 400(以 60℃,1.5~2.5kPa 旋转蒸发 6 小时,除去挥发成分)99.75g,置 100ml 西林瓶(或其他合适的容器)中,精密称定,密封,再用预先冷冻至约 -10℃ 的玻璃注射器穿刺注入环氧乙烷约 300 μ l(相当于环氧乙烷 0.25g),精密称定,摇匀,作为环氧乙烷对照品贮备液(临用新配或临用前标定),精密称取冷却的环氧乙烷对照品贮备液 1g,置含 49g 经处理的冷聚乙二醇 400 的西林瓶中,密封,摇匀,精密称取 10g,置含水 30ml 的 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,作为环氧乙烷对照品溶液(10 μ g/ml);取二氧六环适量,精密称定,用水制成每 1ml 中含 0.5mg 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 0.1ml 与二氧六环对照品溶液 0.1ml,密封,摇匀,作为对照品溶液。

量取环氧乙烷对照品溶液 0.1ml 置顶空瓶中,加新配制的 0.001% 乙醛溶液 0.1ml 与二氧六环对照品溶液 0.1ml,密封,摇匀,作为系统适用性溶液。

照气相色谱法(通则 0521)测定,以聚二甲基硅氧烷为固定液,起始温度为 50℃,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(可根据具体情况调整)。进样口温度为 150℃,检测器为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,取系统适用性溶液顶空进样,记录色谱图,乙醛峰和环氧乙烷峰的分离度应不小于 2.0,二氧六环峰高应为基线噪音的 5 倍以上。顶空平衡温度为 90℃,平衡时间 45 分钟,分别取供试品溶液及对照品溶液顶空进样,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 0.0001%,二氧六环不得过 0.001%。

环氧乙烷对照品贮备液的标定 取 50% 氯化镁的无水乙醇混悬液 10ml,精密加入乙醇制盐酸滴定液(0.1mol/L)20ml,混匀,放置过夜,取环氧乙烷对照品贮备液 5g,精密称定,置上述溶液中混匀,放置 30 分钟,照电位滴定法(通则 0701)用氢氧化钾乙醇滴定液(0.1mol/L)滴定,用聚乙二醇 400 作为空白校正,每 1ml 氢氧化钾乙醇滴定液(0.1mol/L)相当于 4.404mg 的环氧乙烷,计算,即得。

乙二醇、二甘醇和三甘醇 取本品 4g,精密称定,置 100ml 量瓶中,取 1,3-丁二醇 0.004g,精密称定,置同一量瓶中,加乙醇使溶解并稀释至刻度,作为供试品溶液。