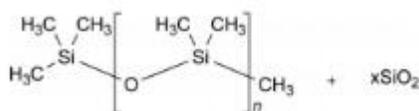


附件：西甲硅油药用辅料标准草案公示稿

## 西甲硅油

Xijiaguoyou

Simethicone



[8050-81-5]

本品为二甲硅油和二氧化硅的复合物，含二甲硅油应为 90.5%~99.0%，含二氧化硅应为 4.0%~7.0%。

**【性状】** 本品为乳白色或灰白色的粘稠液体。

**【鉴别】** 本品的红外光吸收图谱（膜法）应与西甲硅油对照品图谱一致（通则 0402）。

**【检查】酸度** 取本品 2.0g，加无水乙醇-乙醚(1:1)混合溶液 25ml，加溴麝香草酚蓝指示液 0.2ml，摇匀，用氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)滴定至溶液显蓝色，消耗氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)的体积不得过 3.0ml。

**消泡力** 取本品 200mg，置具塞锥形瓶中，精密加叔丁醇 50ml，密塞，摇匀（必要时 50℃ 加热使溶解），作为供试品溶液。

另取曲拉通 X-100 (Triton X-100) 1g，加水 100ml，振摇使溶解（必要时 50℃ 加热使溶解），作为发泡溶液。

在一个直径约 5cm 的具塞圆柱形玻璃瓶中，加发泡溶液 100ml，逐滴加入供试品溶液 500 $\mu$ l，密塞，将其固定于振荡频率约为每分钟 300 次、振荡角度为 10°、振荡半径约为 13cm 的振荡器上，振摇 10 秒，记录从振摇结束至出现液面的时间间隔，应不大于 15 秒钟。

**矿物油** 取本品 2.0g，置紫外光灯(365nm)下检视，其荧光强度不得大于含 0.1 $\mu$ g/ml 硫酸奎宁的 0.005mol/L 硫酸溶液。

**苯基化合物** 取本品 5.0g，加环己烷 10.0ml 使溶解，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)，在 200~350nm 范围内扫描，250~270nm 波长范围最大吸光度值减去 300nm 波长处的吸光度值，差值不得大于 0.2。

**干燥失重** 取本品 15g，置称量瓶(直径为 60mm)中，在 200℃干燥 4 小时，减失重量不得过 1.0%。

**【含量测定】**照红外分光光度法(通则 0402)测定。

**二甲硅油含量 供试品溶液** 取本品 50mg，精密称定，置 100ml 具塞试管中，加甲苯 25ml，密塞，振摇使溶解，再加盐酸溶液(17→100)50ml，密塞，涡旋 5min，静置分层，取上层液 15ml，置含无水硫酸钠 1.0g 的离心管中，密塞，剧烈振摇，离心，取上清液，即得。

**对照品溶液** 取二甲硅油对照品约 50mg，自“精密称定”起，制备方法同供试品溶液。

**空白溶液** 取甲苯 15ml，自“置含无水硫酸钠 1.0g 的离心管中”起，制备方法同供试品溶液。

照红外分光光度法，检测池厚度为 0.5mm，以空白溶液为背景，在波数 1330~1180 $\text{cm}^{-1}$  范围内，测定供试品溶液与对照品溶液最大吸收波长(波数约为 1260 $\text{cm}^{-1}$ )处的吸光度值，按下式计算西甲硅油中二甲硅油的含量：

$$\text{二甲硅油含量 (\%)} = \frac{A_U \times C \times 25}{A_S \times M} \times 100$$

式中，C：对照品溶液中二甲硅油的浓度，mg/ml；

$A_U$ ：供试品溶液的吸光度；

$A_S$ ：对照品溶液的吸光度；

M：供试品称样量，mg。

**二氧化硅含量 供试品溶液** 取本品 3.00g，精密称定，置 20ml 具塞试管中，精密加正己烷 10ml，密塞，涡旋振摇使溶解，即得。

**对照品溶液** 取西甲硅油对照品 3.00g，自“精密称定”起，制备方法同供试品溶液。

**二甲硅油溶液** 取二甲硅油 3.00g，自“精密称定”起，制备方法同供试品溶液。

照红外分光光度法，检测池厚度为 0.1mm，以正己烷为背景，在 1428~1111 $\text{cm}^{-1}$  波数范围内扫描西甲硅油对照品溶液、西甲硅油供试品溶液和二甲硅油溶液的红外光谱，测定二甲硅油溶液最小吸光度值(波数约为 1219 $\text{cm}^{-1}$ )处的吸光度值。以下式计算西甲硅油中二氧化硅的含量：

$$\text{二氧化硅含量 (\%)} = C \times \frac{A_U - A_D}{A_S - A_D} \times 100$$

式中，C：西甲硅油对照品中二氧化硅的标示含量；

$A_U$ ：西甲硅油供试品溶液的吸光度；

$A_S$ ：西甲硅油对照品溶液的吸光度；

$A_D$ ：二甲硅油溶液的吸光度。

【类别】消泡剂、防水剂和稀释剂等。

【贮藏】密封保存。

【标示】以 mPa·s 为单位标明本品动力黏度标示值及范围。（可按下述测定方法测定）

**黏度** 取本品，用适宜的单柱型旋转黏度计（以下条件适用于 Brookfield DV2TLV 或效能相当的黏度计），在 25℃时，按旋转黏度计测定法（通则 0633 第三法）测定。

起草单位：湖南省药品检验检测研究院

电话：0731-82275840

复核单位：天津市药品检验研究院

## 西甲硅油药用辅料标准草案起草说明

一、名称。中文名称与 CDE 药用辅料登记数据库名称一致，英文名称与 USP 一致，因二甲硅油与二氧化硅摩尔比并非 1: 1，结构式参照 EP 确定。

二、定义。参照 USP 和 EP 标准制定。

三、性状。参照 USP 和 EP 标准描述并结合征集样品实际外观结果制定。

四、鉴别。参照 USP 标准制定红外鉴别，与对照品图谱比较。

### 五、检查

1.酸度 参照 EP 标准制定。

2.消泡力 USP 和 EP 标准消泡力检查方法在消泡液溶剂和浓度、发泡液种类和浓度方面有不同，测定方法包括振荡器条件基本相同，限度及判定方法完全相同。比较考察两种方法，最终参照 USP 标准制定。

3.矿物油 参照 EP 标准制定。

4.苯基化合物 参照 EP 标准制定。

5.干燥失重 参照 USP 标准的取样量、干燥温度和时间，限度参照 EP 标准并结合征集样品测定结果从严要求。

6.元素杂质 根据 ICH Q3D 指导原则，对本品的元素杂质进行评估后，西甲硅油药用辅料标准中不设置元素杂质相关的检查项。

### 六、含量测定

1.二甲硅油 EP 和 USP 标准均采用红外分光光度法测定，限度规定一致，测定方法相同，在溶液的配制（如盐酸溶液浓度、振摇方法）及空白溶液处理方面略有不同。参照 EP 标准方法并结合征集样品测定结果制定。

2.二甲硅油 EP 标准采用热重法测定，USP 标准采用红外分光光度法测定，二者限度规定一致。比较考察两种不同方法并结合征集样品测定结果，最终参照 USP 标准制定。

**七、类别** 按二甲硅油作为药用辅料的主要功能制定。

**八、贮藏** 参照 USP 标准并结合本品稳定性制定。

**九、标示** 二甲硅油作为消泡剂，依据 9601 药用辅料功能性相关指标指导原则，黏度是其主要的功能性指标，制定了黏度检查方法。因各生产企业二甲硅油黏度水平差异较大，将黏度检查项放至标示项下。