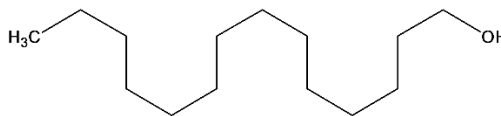


附件：十四醇药用辅料标准草案公示稿

## 十四醇

Shisichun

Myristyl Alcohol



C<sub>14</sub>H<sub>30</sub>O 214.39

[112-72-1]

本品系由含十四醇酯的植物油脂在催化条件下加氢还原制得，按无水物计算，含 C<sub>14</sub>H<sub>30</sub>O 应为 90.0%~102.0%。

**【性状】** 本品为白色结晶的蜡状固体。

**酸值** 应不大于 2.0（通则 0713）。

**羟值** 取本品 1.0g，精密称定，置 250ml 回流瓶中，精密加入酰化剂（取醋酐 25.0ml，加无水吡啶稀释至 100ml，临用新制）5.0ml，水浴加热回流 1 小时后，加入水 10ml 继续水浴加热回流 10 分钟，放冷，用中性丁醇（用 0.5mol/L 氢氧化钾乙醇溶液中和至对酚酞指示液显中性）25ml 冲洗冷凝器和回流瓶的内壁，加酚酞指示液 1ml，用乙醇制氢氧化钾滴定液（0.5mol/L）滴定至溶液显粉红色，同时做空白试验。照下式计算，羟值应为 250~267。

$$\text{羟值} = \frac{(B - A) \times N \times 56.11}{W} + D$$

式中 A 为供试品消耗乙醇制氢氧化钾滴定液（0.5mol/L）的体积，ml；

B 为空白试验消耗乙醇制氢氧化钾滴定液（0.5mol/L）的体积，ml；

N 为乙醇制氢氧化钾滴定液的浓度，mol/L；

W 为供试品的重量，g；

D 为供试品的酸值。

**碘值** 取本品 3.0g，精密称定，置 250ml 的干燥碘量瓶中，加三氯甲烷 10ml，依法操作（通则 0713），应不大于 1.0。

**皂化值** 取本品 10.0g，精密称定，依法检查（通则 0713），应不大于 1.0。

**【鉴别】** 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。

**【检查】碱度** 取本品 3.0g，加无水乙醇 25ml，加热使溶解，放冷，加酚酞指示液 2 滴，溶液不得显红色。

**乙醇溶液的澄清度与颜色** 取本品 0.50g，加乙醇 20ml，加热使溶解，放冷，依法检查（通则 0901 与通则 0902），溶液应澄清无色；如显浑浊，与 1 号浊度标准液（通则 0902 第一法）比较，不得更浓。

**有关物质** 取本品适量，精密称定，加无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液，作为供试品溶液。

取十二醇、十四醇、十五醇、十六醇、十八醇与油醇适量，加无水乙醇适量，于 50℃ 水浴加热使溶解，冷却至室温，用无水乙醇定量稀释制成每 1ml 中各约含 1mg 的混合溶液，分别精密量取适量，用无水乙醇定量稀释制成每 1ml 中各约含 50 $\mu$ g 和 3 $\mu$ g 的混合溶液，作为系统适用性溶液与灵敏度溶液。

除分流比为 5:1 外，其余照含量测定项下的色谱条件，取系统适用性溶液 1 $\mu$ l 注入气相色谱仪，记录色谱图，十四醇和十五醇的分离度应不小于 10，十六醇与十八醇的分离度应不小于 20，十八醇与油醇的分离度应不小于 2.0。

取灵敏度溶液 1 $\mu$ l 注入气相色谱仪，记录色谱图，各脂肪醇色谱峰的信噪比均不应低于 10。取供试品溶液 1 $\mu$ l 注入气相色谱仪，记录色谱图。按峰面积归一化法计算，含未知杂质总量不得过 1.0%，相关脂肪醇和未知杂质总量不得过 10.0%。

**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 2.0g，依法检查（通则 0841），遗留残渣不得过 0.1%。

**【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** 用聚乙二醇（或极性相近）为固定液的毛细管柱为色谱柱（30m $\times$ 0.25mm，0.25 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱），起始温度为 90℃，以每分钟 5℃ 的速率升温至 180℃，维持 25 分钟；进样口温度为 270℃，检测器温度为 280℃；分流比为 100:1。取十六醇、十八醇与油醇适量，加内标溶液（取十五醇适量，加无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 约含 1mg 的溶液）适量，于 50℃ 水浴加热使溶解，冷却至室温，用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中各约含 1mg 的混合溶液，作为系统适用性溶液，量取 1 $\mu$ l 注入气相色谱仪，记录色谱图，十六醇与十八醇的分离度应不小于 20，十八醇与油醇的分离度应不小于 2.0。量取对照品溶液 1 $\mu$ l 注入气相色谱仪记录色谱图，十四醇与十五醇的拖尾因子应为 0.8~1.8。

**测定法** 取本品适量，精密称定，加内标溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液，作为供试品溶液，精密量取 1 $\mu$ l 注入气相色谱仪，记录色谱图；另取十四醇对照品适量，精密称定，加内标溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 约含 1mg 的溶液，作为对照品溶液，同法测定。按内标法以峰面积计算，既得。

**【类别】**柔软剂和稳定剂等。

**【贮藏】**密闭保存。

注：本品在乙醇或乙醚中易溶，在水中不溶。本品别名肉豆蔻醇。

## 十四醇药用辅料标准草案起草说明

### 一、名称与含量限度

#### 1.名称

参照中国药典同系列品种，将本品名称修订为“十四醇”。本品别名肉豆蔻醇。

#### 2.来源及含量限度

参照 USP 现行版制订，但比 USP 现行版增加了“按无水物计算”。

### 二、修订性状项

#### 1、熔点

USP 现行版已删除本项目，故本次删除熔点项目。

#### 2、酸值、碘值

参照中国药典同系列品种，限度分别严格至 2.0 和 1.0。

#### 3、羟值

参考 USP 现行版对测定方法进行修订，限度不变。

#### 4.皂化值

参考中国药典 2020 年版中同系列产品十六醇、十六十八醇和十八醇标准增订本项目，方法采用通则 0713 中皂化值方法。

### 三、增修订检查项

#### 1、碱度

参考中国药典 2020 年版中同系列产品十六醇、十六十八醇和十八醇标准增订本项目，方法限度一致。

#### 2、乙醇溶液的澄清度与颜色

参考中国药典 2020 年版中同系列产品十六醇、十六十八醇和十八醇标准增订本项目，方法限度一致。

#### 3、有关物质

参照 USP 现行版以及中国药典 2020 年版中同系列产品十六醇、十六十八醇和十八醇标准修订本项目，并结合实际试验情况拟订色谱条件和系统适用性要求。

#### 4、炽灼残渣

参照 USP 现行版增订，方法照 2020 年版中国药典四部通则 0841，限度为“不得过 0.1%”。

### 四、含量测定项

参照 USP 现行版修订，计算方法由公示稿的“以面积归一化法计算”改为“以内标法计算”，限度由公示稿的“不得少于 90.0%”修订为“以无水物计，含  $C_{14}H_{30}O$  应为 90.0%~102.0%”，并结合实际试验情况拟订色谱条件和系统适用性要求。

### 五、类别

参考《药用辅料手册》中的描述“emollient, emulsion stabilizer, oleaginous vehicle, surfactant, thickening agent, viscosity-controlling agent”修订为“柔软剂和稳定剂”。