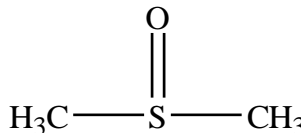


附件：二甲基亚砷药用辅料标准草案公示稿

## 二甲基亚砷

Erjiajiyafeng

Dimethyl Sulfoxide



C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>OS 78.13

[67-68-5]

本品可由二甲硫醚在氧化氮存在下通过空气氧化制得；也可从制造纸浆的副产物中制得。

本品按无水物计算，含 C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>OS 应不得少于 99.5%。

**【性状】** 本品为无色液体。

本品与水、乙醇或乙醚能任意混溶，在烷烃中不溶。

**折光率** 本品的折光率（通则 0622）为 1.478~1.480。

**相对密度** 本品的相对密度（通则 0601）为 1.095~1.104。

**【鉴别】**（1）取本品 5ml，置试管中，加氯化镍 50mg，振摇使溶解，溶液呈黄绿色，置 50℃水浴中加热，溶液呈绿色或蓝绿色，放冷，溶液呈黄绿色。

（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】酸度** 取本品 50.0g，加水 100ml 溶解后，加酚酞指示液 0.1ml，用氢氧化钠滴定液（0.01mol/L）滴定至溶液显粉红色，消耗氢氧化钠滴定液（0.01mol/L）的体积不得过 5.0ml。

**吸光度** 取本品适量，通入干燥氮气 15 分钟，以水为空白，照紫外-可见分光光度法（通则 0401），立即测定，在 275nm 波长处的吸光度不得大于 0.30；在 285nm 与 295nm 波长处的吸光度不得大于 0.20；在 285nm 与 295nm 波长处的吸光度与 275nm 波长处的吸光度的比值，分别不得过 0.65 与 0.45；在 270~350nm 的波长范围内，不得有最大吸收峰。

### 氢氧化钾变深物

**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 0.2%。

**有关物质** 取本品 5.0g，精密称定，置 10ml 量瓶中，用丙酮稀释至刻度，摇匀，作为供试

品溶液。

另取本品和二甲基砷对照品各约 50mg，精密称定，置 100ml 量瓶中，用丙酮稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。

照含量测定项下的色谱条件。精密量取对照溶液 1 $\mu$ l 注入气相色谱仪，记录色谱图，对照溶液色谱图中，二甲基亚砷和二甲基砷之间的分离度应不低于 5。

精密量取供试品溶液 1 $\mu$ l 注入气相色谱仪，记录色谱图，供试品溶液的色谱图中如显杂质峰，按面积归一化法计算，二甲基砷不得过 0.1%，各杂质总和不得过 0.1%。

**不挥发残留物** 取本品 100g，精密称定，置 105 $^{\circ}$ C 已干燥至恒重的蒸发皿中，在通风橱内置电热板上缓缓蒸发至干（不发生沸腾），置 105 $^{\circ}$ C 干燥 3 小时。残留物不得过 0.01%。

**细菌内毒素（供注射用）** 取本品，依法检查（通则 1143），每 1ml 二甲基亚砷中含内毒素的量应小于标示值。

**【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** 以聚乙二醇 20M（或极性相似）为固定液的毛细管柱为色谱柱，程序升温：起始温度为 120 $^{\circ}$ C，维持 8 分钟，以每分钟 25 $^{\circ}$ C 的速率升温至 200 $^{\circ}$ C，维持 6 分钟；进样口温度为 230 $^{\circ}$ C，检测器温度为 250 $^{\circ}$ C，进样量为 1 $\mu$ l，分流比为 20:1。

**测定法** 取本品 5.0g，精密称定，加丙酮溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液，精密量取 1 $\mu$ l 注入气相色谱仪，记录色谱图；另取二甲基亚砷对照品适量，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

**【类别】** 药用辅料，吸收促进剂、溶剂等（仅供外用）。

**【贮藏】** 密封，避光保存。

**【标示】** 应标明凝点和每 1ml 本品中含内毒素的量应小于的标示值。

**注：**①本品极具引湿性。②与水、乙醇或乙醚能任意混溶，在烷烃中不溶。

第一起草单位：湖南省药品检验检测研究院

电话：0731-82275835

第二起草单位：浙江省食品药品检验研究院

## 二甲基亚砷药用辅料标准草案起草说明

- 1、相对密度：**参考 EP，根据本品的实际考察情况修订限度。
- 2、氢氧化钾变深物：**参考 USP，删除该项。
- 3、有关物质：**参考 USP、EP 对测定方法进行优化，简化限度计算方法采用面积归一化法。
- 4、细菌内毒素：**对供注射用产品增加了检查项，但不作限度要求，需标示每 1ml 本品中含内毒素的量应小于的标示值。
- 5、含量测定：**采用有关物质检查的色谱条件，按外标法计算本品含量。
- 6、标示：**增加了凝点和细菌内毒素标示值。
- 7、注：**将溶解度相关内容移入“注”中。