

图,由 GPC 软件计算回归方程、线性相关系数 R 应不得小于 0.99。取供试品溶液 100 μ l,同法测定,根据回归方程计算供试品的重均分子量及分子量分布。供试品的重均分子量应为标示值的 90%~110%,分布系数应为产品标示值的 90%~110%。(抑菌剂为 2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮和 5-氯-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮)

聚乙二醇 600

Juyi'erschun-600

Polyethylene Glycol 600

本品为环氧乙烷和水缩聚而成的混合物。分子式以 $\text{HO}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{H}$ 表示,其中 n 代表氧乙烯基的平均数。

【性状】本品为无色或几乎无色的黏稠液体,或呈半透明蜡状软物。

本品在水或乙醇中极易溶解。

相对密度 本品的相对密度(通则 0601)在 40℃ 时应为 1.101~1.135。

黏度 本品的运动黏度(通则 0633 第一法),在 40℃ 时(毛细管内径为 1.2mm)应为 56~62 mm^2/s 。

【鉴别】(1)取本品 0.05g,加稀盐酸 5ml 和氯化钡试液 1ml,振摇,滤过;在滤液中加入 10% 磷酸溶液 1ml,产生黄绿色沉淀。

(2)取本品 0.1g,置试管中,加入硫氰酸钾和硝酸钴各 0.1g,混合后,加入二氯甲烷 5ml,溶液呈蓝色。

【检查】平均分子量 取本品约 1.2g,精密称定,置干燥的 250ml 具塞锥形瓶中,精密加邻苯二甲酸酐的吡啶溶液(取邻苯二甲酸酐 14g,溶于无水吡啶 100ml 中,放置过夜,备用)25ml,摇匀,加少量无水吡啶于锥形瓶口边缘封口,置沸水浴中,加热 30 分钟,取出冷却,精密加入氢氧化钠滴定液(0.5mol/L)50ml,以酚酞的吡啶溶液(1→100)为指示剂,用氢氧化钠滴定液(0.5mol/L)滴定至显红色,并将滴定的结果用空白试验校正。供试量(g)与 4000 的乘积,除以消耗氢氧化钠滴定液(0.5mol/L)的容积(ml),即得供试品的平均分子量,应为 570~630。

酸碱度 取本品 5.0g,加水 100ml 和饱和氯化钾溶液 0.3ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~7.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5.0g,加水 50ml 溶解后,依法检查(通则 0901 与通则 0902),溶液应澄清无色;如显浑浊,与 2 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更深;如显色,与黄色 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

乙二醇、二甘醇、三甘醇 取本品 4.0g,精密称定,置

100ml 量瓶中,精密加入内标溶液(取 1,3-丁二醇适量,用无水乙醇稀释成每 1ml 中约含 4mg 的溶液)1.0ml,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

另取乙二醇、二甘醇和三甘醇对照品适量,精密称定,加无水乙醇稀释配制每 1ml 含乙二醇、二甘醇、三甘醇各 4mg 的对照品贮备溶液。再精密量取该溶液 1.0ml,置 100ml 量瓶中,精密加入内标溶液 1.0ml,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。

照气相色谱法(通则 0521)测定。以 50% 苯基-50% 甲基聚硅氧烷为固定液的毛细管柱为色谱柱(0.53mm $\times$ 30m, 1 μ m),起始温度 60℃,维持 5 分钟,以每分钟 5℃ 的速率升温至 110℃,维持 5 分钟,再以每分钟 15℃ 的速率升温至 170℃,维持 5 分钟,再以每分钟 35℃ 的速率升温至 280℃,维持 40 分钟(根据分离情况调整时间)。进样口温度为 270℃,氢火焰离子化检测器温度为 290℃。

量取供试品溶液与对照品溶液各 1 μ l,分别进样,记录色谱图。

按内标法计算,含乙二醇、二甘醇与三甘醇均不得过 0.1%。

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 μ g 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 μ g 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)测定。以 5% 苯基-95% 甲基聚硅氧烷为固定液的毛细管柱为色谱柱,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 250℃,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应不得过 15%,二氧六环峰面积的相对标准偏差应不得过 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%。

甲醛 取本品 1g,精密称定,加入 0.5% 变色酸钠溶液

0.25ml, 在冰水中冷却后, 加硫酸 5ml, 摇匀, 静置 15 分钟, 缓慢定量转移至盛有 10ml 水的 25ml 量瓶中, 放冷, 缓慢加水加至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

取甲醛溶液适量, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 制成每 1ml 含甲醛 3mg 的溶液, 精密量取 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 精密量取 1ml, 自“加入 0.6% 变色酸钠溶液 0.25ml”起, 同法操作, 作为对照溶液。

取上述两种溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 567nm 波长处测定吸光度, 并用同法操作的空白溶液进行校正。供试品溶液的吸光度不得大于对照溶液的吸光度(0.003%)。

水分 取本品 2.0g, 照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定, 含水量不得过 1.0%。

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

重金属 取本品 4.0g, 加盐酸溶液(9→1000)5ml 与水适量, 溶解后, 用稀醋酸或氨试液调节 pH 值至 3.0~4.0, 再加水稀释至 25ml, 依法检查(通则 0821 第一法), 含重金属不得过百万分之五。

钾盐 取本品 0.67g, 置凯氏烧瓶中, 加硫酸 5ml, 用小火消化使炭化, 控制温度不超过 120℃(必要时可添加硫酸, 总量不超过 10ml), 小心逐滴加入浓过氧化氢溶液, 待反应停止, 继续加热, 并滴加浓过氧化氢溶液至溶液无色, 冷却, 加水 10ml, 蒸发至浓烟发生使除尽过氧化氢, 加盐酸 5ml 与水适量, 依法检查(通则 0822 第一法), 应符合规定(0.0003%)。

【类别】 溶剂和增塑剂等。

【贮藏】 密封保存。

【标示】 应标明重均分子量及分子量分布系数的标示值。(可按下述测定方法测定)

分子量及分子量分布 分别称取聚乙二醇 200、聚乙二醇 400、聚乙二醇 600、聚乙二醇 1000、聚乙二醇 4000 分子量对照品适量, 加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液作为对照品溶液。

称取样品适量, 加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液作为供试品溶液。

照分子排阻色谱法(通则 0514)测定, 采用适宜分离范围的凝胶色谱柱, 以 0.1mol/L 硝酸钠溶液(含 0.02% 抑菌剂)为流动相, 示差折光检测器, 检测器温度 35℃, 柱温 35℃, 取对照品溶液各 100μl 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 由 GPC 软件计算回归方程, 线性相关系数 R 应不得小于 0.99, 取供试品溶液 100μl, 同法测定, 根据回归方程计算供试品的重均分子量及分子量分布。供试品的重均分子量应为标示值的 90%~110%, 分布系数应为产品标示值的 90%~110%。(抑菌剂为 2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮和 5-氯-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮)

聚乙二醇 1000

Juyi'erchun 1000

Polyethylene Glycol 1000

本品为环氧乙烷和水缩聚而成的混合物, 分子式以 $\text{HO}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{H}$ 表示, 其中 n 代表氧乙烯基的平均数。

【性状】 本品为无色或几乎无色的黏稠液体, 或呈半透明蜡状软物。

本品在水或乙醇中极易溶解。

黏度 取本品 25.0g, 置 50ml 量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀, 用毛细管内径为 0.8mm 的平氏黏度计, 依法测定(通则 0633 第一法), 在 40℃ 时的运动黏度为 8.5~11.0mm²/s。

【鉴别】 (1) 取本品 0.05g, 加稀盐酸 5ml 和氯化钡试液 1ml, 振荡, 滤过, 在滤液中加入 10% 磷酸溶液 1ml, 产生黄绿色沉淀。

(2) 取本品 0.1g, 置试管中, 加入硫氰酸钾和硝酸钴各 0.1g, 混合后, 加入二氯甲烷 5ml, 溶液呈蓝色。

【检查】 **平均分子量** 取本品约 3.0g, 精密称定, 置干燥的 250ml 具塞锥形瓶中, 精密加邻苯二甲酸酐的吡啶溶液(取邻苯二甲酸酐 14g, 溶于无水吡啶 100ml 中, 放置过夜, 备用)25ml, 摇匀, 加少量无水吡啶于锥形瓶口边缘封口, 置沸水浴中, 加热 30 分钟, 取出冷却, 精密加入氢氧化钠滴定液(0.5mol/L)50ml, 以酚酞的吡啶溶液(1→100)为指示剂, 用氢氧化钠滴定液(0.5mol/L)滴定至显红色, 并将滴定的结果用空白试验校正。供试量(g)与 4000 的乘积, 除以消耗氢氧化钠滴定液(0.5mol/L)的容积(ml), 即得供试品的平均分子量, 应为 900~1100。

酸碱度 取本品 5.0g, 加水 100ml 和饱和氯化钾溶液 0.3ml 溶解后, 依法测定(通则 0631), pH 值应为 4.0~7.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5.0g, 加水 50ml 溶解后, 依法检查(通则 0901 与通则 0902), 溶液应澄清无色; 如显浑浊, 与 2 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较, 不得更浓; 如显色, 与黄色 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较, 不得更深。

乙二醇、二甘醇、三甘醇 取本品 4.0g, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 精密加入内标溶液(取 1,3-丁二醇适量, 用 95% 乙醇稀释成每 1ml 中约含 4mg 的溶液)1.0ml, 加 95% 乙醇稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

另取乙二醇、二甘醇和三甘醇对照品适量, 精密称定, 加 95% 乙醇稀释配制成每 1ml 含乙二醇、二甘醇、三甘醇各 4mg 的对照品贮备溶液, 再精密量取该溶液 1.0ml, 置 100ml 量瓶中, 精密加入内标溶液 1.0ml, 加 95% 乙醇稀