

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 4000

Juyl'erchun 4000

Polyethylene Glycol 4000

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】本品为白色固体。

本品在水中易溶,在乙醇中溶解。

黏度 取本品 25.0g,置 100ml 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 5.5~9.0mm²/s。

【鉴别】(1)取本品 0.05g,加稀盐酸 5ml 和氯化钼试液 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 12g,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 60 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)滴定至呈红色,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 3400~4200。

酸碱性 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-水(9+1)稀释成每 1ml 中含 4mg 的溶液]1.0ml,加无水乙醇-水(9+1)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-水(9+1)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,加无水乙醇-水(9+1)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×30m, 1μm),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 1μl,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 中含 2μg 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 中含 20μg 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% 乙醚溶液 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 0621)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,乙醚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 0.6% 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,缓缓定量转移至盛有 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, 含水分不得过 1.0%。

灼灼残渣 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。

【类别】软膏基质和润滑剂等。

【贮藏】密闭保存。

【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 600、聚乙二醇 1000、聚乙二醇 4000、聚乙二醇 7000、聚乙二醇 10000 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 6000

Juyi'erchun 6000

Polyethylene Glycol 6000

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 代表氧乙基的平均数。

【性状】本品为白色固体。

本品在水中易溶, 在乙醇中略溶。

黏度 取本品 25.0g, 置 100ml 量瓶中。加水溶解并稀释至刻度, 摇匀, 用毛细管内径为 1.0mm 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 10.5~16.5mm²/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 12.5g, 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 60 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 5400~7800。

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-水(9:1)稀释成每 1ml 中约含 4mg 的溶液]1.0ml, 加无水乙醇-水(9:1)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-水(9:1)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, 加无水乙醇-水(9:1)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×30m, 1μm), 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 1μl, 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