

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，置于干燥的 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

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 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 0.6% 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,缓慢定量转移至盛有 10ml 水的 25ml 量瓶中,放冷,缓慢加水至刻度,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%。

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。

【类别】软膏基质和润滑剂等。

【贮藏】密封,在干燥处保存。

【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 1000、聚乙二醇 4000、聚乙二醇 7000、聚乙二醇 10000、聚乙二醇 13000 分子量对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 2mg 的溶液作为对照品溶液。

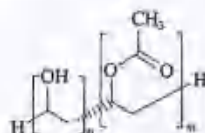
称取样品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 2mg 的溶液作为供试品溶液。

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 100 μ l 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 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)

聚乙烯醇

Juyixichun

Polyvinyl Alcohol



本品为聚乙酸乙烯酯的甲醇溶液中加碱液进行醇解反应制得品,分子式以 $(\text{CH}_2\text{CHOH})_m(\text{CH}_2\text{CHOCOCH}_3)_n$ 表示,其中的 $m+n$ 代表平均聚合度, m/n 应为 0~0.35。本品的平均分子量应为 20 000~220 000。

【性状】本品为白色至微黄色粉末或半透明状颗粒。

本品在乙醇或丙酮中几乎不溶。

酸值 取本品 10g,精密称定,置圆底烧瓶中,加水 250ml,不断搅拌下加热回流 30 分钟后,不断搅拌下放冷。精密量取 50ml,依法测定(通则 0713),酸值不大于 3.0。

【鉴别】取本品,照红外分光光度法(通则 0402)测定,应在 $2940\text{cm}^{-1} \pm 10\text{cm}^{-1}$ 及 $2920\text{cm}^{-1} \pm 10\text{cm}^{-1}$ 波数处有特征吸收峰。

【检查】**黏度** 取本品适量(相当于干燥品 6.00g),以每分钟 60 转的转速,在连续搅拌下,加至已称重的含有 140ml 水的烧杯中,提高转速至每分钟 400 转(避免混入过多空气),加热至 90℃,在 90℃ 水浴中,以每分钟 400 转的转速保持约 5 分钟,停止加热,以每分钟 60 转的转速连续搅拌 1 小时,放冷至室温,再补水至溶液 150g,搅拌均匀,100 目筛滤过,作为供试品溶液。采用合适的旋转黏度计(建议采用 Brookfield 旋转黏度计),依法测定(通则 0633 第三法),在