

化钾 1.0g, 密塞, 摇匀, 置暗处放置 30 分钟, 用硫代硫酸钠滴定液(0.002mol/L)滴定至蓝色或紫红色消失, 并将滴定的结果用空白试验校正(空白试验应在放置 30 分钟后, 加淀粉指示液 1ml 后测定)。每 1ml 硫代硫酸钠滴定液(0.002mol/L)相当于 34μg 的氧化性物质(以过氧化氢 H_2O_2 计), 消耗的硫代硫酸钠滴定液(0.002mol/L)不得过 1.4ml(0.002%)。

干燥失重 取本品, 在 130℃ 干燥 90 分钟, 减失重量不得过 13.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g, 依法检查(通则 0841), 遗留残渣不得过 0.5%。

铁盐 取本品 1.0g, 置于具塞锥形瓶中, 加稀盐酸 4ml 与水 16ml, 强力振摇 5 分钟, 滤过, 用适量水洗涤, 合并滤液与洗液至 50ml 纳氏比色管中, 加过硫酸铵 50mg, 用水稀释成 35ml 后, 依法检查(通则 0807), 与标准铁溶液 1.0ml 制成的对照液比较, 不得更深(0.001%)。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣, 依法检查(通则 0821 第二法), 含重金属不得过百万分之二十。

微生物限度 取本品, 依法检查(通则 1105 与通则 1106), 每 1g 供试品中需氧菌总数不得过 10^3 cfu, 霉菌和酵母菌总数不得过 10^2 cfu, 不得检出大肠埃希菌。

【类别】稀释剂和黏合剂等。

【贮藏】密封保存。

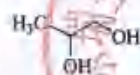
【标示】应标明产品的淀粉来源。

注: ①本品有引湿性。②为满足制剂安全性和有效性要求, 必要时, 可对本品中的元素杂质铅进行控制。

丙 二 醇

Bing' erchun

Propylene Glycol



$C_3H_8O_2$ 76.10

[57-55-5]

本品为 1,2-丙二醇, 含 $C_3H_8O_2$ 不得少于 98.5%。

【性状】本品为无色澄清的黏稠液体。

相对密度 本品的相对密度(通则 0601)在 25℃ 时为 1.035~1.037。

折光率 本品的折光率(通则 0622)为 1.431~1.433。

【鉴别】(1)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。

(2)除波数 1650cm^{-1} 处外, 本品的红外光吸收图谱应与对照图谱(附图)一致(通则 0402)。

【检查】**酸度** 取本品 10.0ml, 加新沸放冷的水 50ml 溶解后, 加溴麝香草酚蓝指示液 3 滴, 用氢氧化钠滴定液

(0.01mol/L)滴定至溶液显蓝色, 消耗氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)的体积不得过 0.5ml。

氯化物 取本品 1.0ml, 依法检查(通则 0801), 与标准氯化钠溶液 7.0ml 制成的对照液比较, 不得更浓(0.007%)。

硫酸盐 取本品 5.0ml, 依法检查(通则 0802), 与标准硫酸钾溶液 3.0ml 制成的对照液比较, 不得更浓(0.005%)。

有关物质 取本品适量, 精密称定, 用无水乙醇定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5g 的溶液, 作为供试品溶液。

另取一缩二乙二醇(二甘醇)、一缩二丙二醇、二缩三丙二醇与环氧丙烷对照品, 精密称定, 用无水乙醇稀释制成每 1ml 中各含 5μg、500μg、150μg 与 5μg 的混合溶液, 作为对照品溶液。

照气相色谱法(通则 0521)测定, 以聚乙二醇 20M(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱, 起始温度为 80℃, 维持 3 分钟, 以每分钟 15℃ 的速率升温至 220℃, 维持 4 分钟; 进样口温度为 230℃; 检测器温度为 250℃。各组分峰的分离度应符合要求。精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1μl, 分别注入气相色谱仪, 按外标法以峰面积计算。含一缩二乙二醇(二甘醇)不得过 0.001%, 一缩二丙二醇不得过 0.1%, 二缩三丙二醇不得过 0.03%, 环氧丙烷不得过 0.001%。

氧化性物质 取本品 10ml, 置碘量瓶中, 加水 5ml, 碘化钾试液 2ml 与稀硫酸 2ml, 密塞, 在暗处放置 15 分钟, 加淀粉指示液 2ml, 用硫代硫酸钠滴定液(0.05mol/L)滴定至无色, 并将滴定的结果用空白试验校正, 消耗硫代硫酸钠滴定液(0.05mol/L)的体积不得过 0.2ml。

还原性物质 取本品 1.0ml, 加氨试液 1ml, 在 60℃ 水浴中加热 5 分钟, 溶液应不显黄色; 迅速加硝酸银试液 0.15ml, 摇匀, 放置 5 分钟, 溶液应无变化。

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%。

炽灼残渣 取本品 50g, 加热至燃烧, 即停止加热, 使自然燃烧至干(如不能燃烧, 则加热至蒸气除尽后), 在 700~800℃ 炽灼至恒重, 遗留残渣不得过 2.5mg。

重金属 取本品 4.0ml, 加水 19ml 与醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml, 依法检查(通则 0821 第一法), 含重金属不得过百万分之五。

砷盐 取本品 1.0g, 加盐酸 5ml 与水 23ml, 依法检查(通则 0822), 应符合规定(0.0002%)。

【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(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱; 起始温度为 130℃, 维持 1 分钟, 以每分钟 10℃ 的速率升温至 240℃, 维持 3 分钟; 进样口温度为 230℃; 检测器温度为 250℃。理论板数按丙二醇峰计算不低于 10 000。

测定法 取本品约 100mg, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 精密加入内标溶液(每 1ml 中约含 1,3-丁二醇 10mg 的无水乙醇溶液)10ml, 用无水乙醇稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶

液,精密量取 1 μ l 注入气相色谱仪,记录色谱图;另取丙二醇对照品,同法测定。按内标法以峰面积计算,即得。

【类别】溶剂和增塑剂等。

【贮藏】密封,在干燥处避光保存。

附:

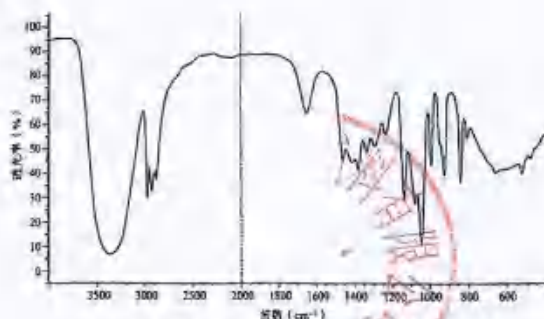


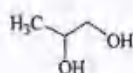
图 药用辅料丙二醇红外光吸收对照图谱
(试样制备:膜法)

注:本品有引湿性。

丙二醇(供注射用)

Bing'erchun (Gongzhushheyong)

Propylene Glycol (For Injection)



$C_3H_8O_2$ 76.10

[57-55-6]

本品为 1,2-丙二醇。含 $C_3H_8O_2$ 不得少于 99.0%。

【性状】本品为无色澄清的黏稠液体。

相对密度 本品的相对密度(通则 0601)在 25℃ 时为 1.035~1.037。

折光率 本品的折光率(通则 0622)为 1.431~1.433。

【鉴别】(1)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。

(2)除波数 1650 cm^{-1} 处外,本品的红外光吸收图谱应与对照图谱(附图)一致(通则 0402)。

【检查】酸度 取本品 10.0ml,加新沸放冷的水 50ml 溶解后,加溴麝香草酚蓝指示液 3 滴,用氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)滴定至溶液显蓝色,消耗氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)的体积不得过 0.5ml。

氯化物 取本品 1.0ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 7.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.007%)。

硫酸盐 取本品 5.0ml,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 3.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.006%)。

有关物质 取本品适量,精密称定,用无水乙醇定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5g 的溶液,作为供试品溶液。

另取一缩二乙二醇(二甘醇)、一缩二丙二醇、二缩三丙二醇与环氧丙烷对照品,精密称定,用无水乙醇稀释制成每 1ml 中各约含 5 μ g、500 μ g、150 μ g 与 5 μ g 的混合溶液,作为对照品溶液。

照气相色谱法(通则 0521)测定,以聚乙二醇 20M(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱,起始温度为 80℃,维持 3 分钟,以每分钟 15℃ 的速率升温至 220℃,维持 4 分钟,进样口温度为 230℃;检测器温度为 250℃。各组峰的分度度应符合要求。精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1 μ l,分别注入气相色谱仪,按外标法以峰面积计算。含一缩二乙二醇(二甘醇)不得过 0.001%,一缩二丙二醇不得过 0.1%,二缩三丙二醇不得过 0.03%,环氧丙烷不得过 0.001%。

乙二醇 取本品 1g,精密称定,置 10ml 量瓶中,用乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

另取乙二醇对照品 0.2g,精密称定,置 100ml 量瓶中,用乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。

照气相色谱法(通则 0521)测定,以 6% 氟丙基苯基-94% 二甲聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱,起始温度为 120℃,维持 4 分钟,以每分钟 8℃ 的速率升温至 140℃,维持 10 分钟,再以每分钟 8℃ 的速率升温至 220℃,维持 5 分钟;进样口温度为 230℃;检测器温度为 250℃。各色谱峰的分度度应大于 2.0,理论板数按乙二醇峰计算不低于 10 000,乙二醇峰的拖尾因子不得大于 2.0。精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1 μ l,分别注入气相色谱仪,记录色谱图,按下式计算,含乙二醇不得过 0.02%。

$$\text{乙二醇} = \frac{A_T \times M_R}{1000 A_R \times M_T} \times 100\%$$

式中 A_T 为供试品溶液色谱图中乙二醇的峰面积;

A_R 为对照品溶液色谱图中乙二醇的峰面积;

M_T 为供试品取样量, g;

M_R 为对照品取样量, g。

氧化性物质 取本品 10ml,置碘量瓶中,加水 5ml,碘化钾试液 2ml 与稀硫酸 2ml,密塞,在暗处放置 15 分钟,加淀粉指示液 2ml,用硫代硫酸钠滴定液(0.05mol/L)滴定至无色,并将滴定的结果用空白试验校正,消耗硫代硫酸钠滴定液(0.05mol/L)的体积不得过 0.2ml。

还原性物质 取本品 1.0ml,加氨试液 1ml,在 60℃ 水浴中加热 5 分钟,溶液应不显黄色,迅速加硝酸银试液 0.15ml,摇匀,放置 5 分钟,溶液应无变化。

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%。

炽灼残渣 取本品 50g,加热至燃烧,即停止加热,使自然燃烧至干(如不能燃烧,则加热至蒸气除尽后),在 700~800℃ 炽灼至恒重,遗留残渣不得过 2.5mg。

重金属 取本品 4.0ml,加水 19ml 与醋酸盐缓冲液(pH3.5)2ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得