

## 聚乙二醇 400

Juyi' erchun 400

### Macrogol400

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】** 本品为无色或几乎无色的黏稠液体；略有特臭。

本品在水或乙醇中易溶，在乙醚中不溶。

**凝点** 本品的凝点（通则 0613）为  $4\sim 8^\circ\text{C}$ 。

**相对密度** 本品的相对密度（通则 0601）应为  $1.110\sim 1.140$ 。

**黏度** 本品的运动黏度（通则 0633 第一法），在  $40^\circ\text{C}$  时（毛细管内径为  $1.2\text{mm}$ ）应为  $37\sim 45\text{mm}^2/\text{s}$ 。

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

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

**【检查】平均分子量** 取本品约  $1.2\text{g}$ ，精密称定，置干燥的  $250\text{ml}$  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  $14\text{g}$ ，溶于无水吡啶  $100\text{ml}$  中，放置过夜，备用） $25\text{ml}$ ，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  $30\sim 60$  分钟，取出冷却，精密加入氢氧化钠滴定液（ $0.5\text{mol/L}$ ） $50\text{ml}$ ，以酚酞的吡啶溶液（ $1\rightarrow 100$ ）为指示剂，用氢氧化钠滴定液（ $0.5\text{mol/L}$ ）滴定至显红色，并将滴定的结果用空白试验校正。供试量（ $\text{g}$ ）与  $4000$  的乘积，除以消耗氢氧化钠滴定液（ $0.5\text{mol/L}$ ）的容积（ $\text{ml}$ ），即得供试品的平均分子量，应为  $380\sim 420$ 。

**酸度** 取本品  $1.0\text{g}$ ，加水  $20\text{ml}$  溶解后，依法测定（通则 0631）， $\text{pH}$  值应为  $4.0\sim 7.0$ 。

**溶液的澄清度与颜色** 取本品  $5.0\text{g}$ ，加水  $50\text{ml}$  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）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** 取乙二醇、二甘醇与三甘醇对照品各  $400\text{mg}$ ，置  $100\text{ml}$  量瓶中，加无水乙醇稀释至刻度，摇匀，作为对照贮备液。取内标物 1, 3-丁二醇  $400\text{mg}$ ，置  $100\text{ml}$  量瓶中，加无水乙醇稀释至刻度，摇匀，作为内标贮备液，取对照贮备液和内标贮备液各  $1.0\text{ml}$ ，置  $100\text{ml}$  量瓶中，加无水乙醇稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液；另取本品  $4.0\text{g}$ ，置  $100\text{ml}$  量瓶中，加入内标贮备液  $1.0\text{ml}$ ，加无水乙醇稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。取上述溶液，照气相色谱法（通则 0521）测定。以苯基-聚二甲基硅氧烷（ $50\%:50\%$ ）为固定相。起始温度  $60^\circ\text{C}$ ，维持 5 分钟，以每分钟  $2^\circ\text{C}$  的速率升温至  $170^\circ\text{C}$ ，维持 5 分钟，再以每分钟  $15^\circ\text{C}$  的速率升温至  $280^\circ\text{C}$ ，维持 50 分钟。进样口温度为  $270^\circ\text{C}$ ，检测器温度为  $290^\circ\text{C}$ ，载气为高纯  $\text{N}_2$ ，燃气为  $\text{H}_2$ ，助燃气为压缩空气，柱流量为  $4.0\text{ml}/\text{min}$ 。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  $1\text{g}$ ，精密称定，置顶空瓶中，精密加入超纯水  $1.0\text{ml}$ ，密封，摇匀，作为供试品溶液。量取环氧乙烷  $300\mu\text{l}$ （相当于  $0.25\text{g}$  环氧乙烷），置含  $50\text{ml}$  经过滤处理的聚乙二醇 400（以  $60^\circ\text{C}$ ， $1.5\sim 2.5\text{kPa}$  旋转蒸发 6 小时，除去挥发性成分）的  $100\text{ml}$  量瓶中，加入相同溶剂稀释至刻度，摇匀，作为环氧乙烷对照品贮备液，精密称取  $1\text{g}$  冷的环氧乙烷对照品贮备液，

置含 40ml 经过处理的聚乙二醇 400 的 50ml 量瓶中，加相同溶剂稀释至刻度。精密称取 10g，置含 30ml 水的 50ml 量瓶中，加水稀释至刻度。精密量取 10ml，置 50ml 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，作为环氧乙烷对照品溶液。取二氧六环适量，精密称定，用水制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液，作为二氧六环对照品溶液。精密称取本品 1g，置顶空瓶中，精密加入 0.5ml 环氧乙烷对照品溶液及 0.5ml 二氧六环对照品溶液，密封，摇匀，作为对照品溶液。量取 0.5ml 环氧乙烷对照品溶液置顶空瓶中，加入新鲜配制的 0.001% 乙醛溶液 0.1ml 及二氧六环对照品溶液 0.1ml，密封，摇匀，作为系统适用性试验溶液，照气相色谱法（通则 0521）试验，以聚二甲基硅氧烷为固定液，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 230℃，维持 5 分钟（可根据具体情况调整）。进样口温度为 150℃，检测器温度为 250℃，顶空瓶平衡温度为 70℃，平衡时间为 45 分钟。取系统适用性试验溶液顶空进样，调节检测器灵敏度使环氧乙烷峰和乙醛峰的峰高约为满量程的 15%，乙醛峰和环氧乙烷峰之间的分离度不小于 2.0，二氧六环峰高应为基线噪音的 5 倍以上，分别取供试品溶液及对照品溶液顶空进样，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。另取甲醛 0.81g，精密称定，置 100ml 量瓶中，加水稀释至刻度，精密量取 1ml，用水定量稀释至 100ml；精密量取 1ml，自“加入 0.6% 变色酸钠溶液 0.25ml”起，同法操作，作为对照液 D 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（百分之三十）。

**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** 不得过 0.1%（通则 0841）。

**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，依法检验（通则 0821 第一法），含重金属不得过百万分之五。

**砷盐** 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，俟反应停止，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】** 药用辅料，溶剂和增塑剂等。

**【贮藏】** 密封保存。