

## 聚乙二醇 4000

Juyi'erchun4000

Macrogol 4000

本品为环氧乙烷和水缩合而成的混合物。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】** 白色蜡状固体薄片或颗粒状粉末；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（附录VI D）为  $50\sim 54^\circ\text{C}$

**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（附录VI G 第一法），在  $40^\circ\text{C}$  时的运动黏度为  $5.5\sim 9.0\text{mm}^2/\text{s}$ 。

**【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% 磷钼酸溶液 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  $30\sim 60$  分钟，取出冷却，精密加入氢氧化钠滴定液（ $0.5\text{mol/L}$ ）50ml，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（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（ml），即得供试品的平均分子量，应为  $3400\sim 4200$ 。

**酸度** 取本品 1.0g，加水 20ml 溶解后，依法测定（附录VI H），pH 值应为  $4.0\sim 7.0$ 。

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

**乙二醇、二甘醇、三甘醇** 取乙二醇、二甘醇与三甘醇各 400mg, 置 100ml 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 400mg, 置 100ml 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 1.0ml, 置 100ml 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 4.0g, 置 100ml 量瓶中, 加入内标贮备液 1.0ml, 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 (附录 V E) 测定。以 50% 苯基-50% 二甲基聚硅氧烷为固定相。起始温度 60℃, 维持 5 分钟, 以每分钟 2℃ 的速率升温至 170℃, 维持 5 分钟, 再以每分钟 15℃ 的速率升温至 280℃, 维持 50 分钟。进样口温度为 270℃, 检测器温度为 290℃。载气为高纯 N<sub>2</sub>。燃气为 H<sub>2</sub>。助燃气为压缩空气。柱流量为 4.0ml/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 1g, 精密称定, 置顶空瓶中, 精密加入超纯水 1.0ml, 密封, 摇匀, 作为供试品溶液。量取环氧乙烷 300μl (相当于 0.25g 环氧乙烷), 置含 50ml 经过滤处理的聚乙二醇 400 (以 60℃, 1.5-2.5kpa 旋转蒸发 6 小时, 除去挥发性成分) 的 100ml 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储备液, 精密称取 1g 冷的环氧乙烷对照品储备液, 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 (附录 V E) 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，置 100ml 量瓶中，用水稀释至刻度；精密量取 1ml，自“加 0.6% 的变色酸钠溶液 0.25ml”起，同法操作，作为对照液。取上述两种溶液，照紫外-可见分光光度法（附录 IV A），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（附录 VIII M 第一法 A）测定，含水分不得过 1.0%。

**炽灼残渣** 不得过 0.1%（附录 VIII N）。

**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（附录 VIII H 第一法），含重金属不得过百万分之五。

**【类别】** 药用辅料，软膏基质和润滑剂等。

**【贮藏】** 密封，在干燥处保存。