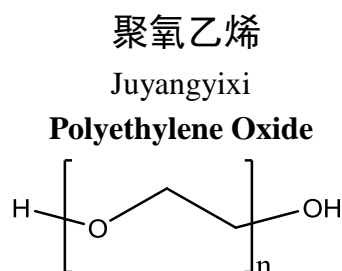


附件:



n=2000~200000

[25322-68-3]

本品为环氧乙烷（或称氧化乙烯）在高温高压下，并在引发剂和催化剂存在下聚合制得非离子均聚物，分子式以  $\text{HO}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{H}$  表示，其中 n 为氧乙烯基的平均数，n=2000~200 000。聚氧乙烯可根据平均名义分子量分为不同规格。

**【性状】** 本品为白色至类白色易流动的粉末。

**【鉴别】** 本品红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致。

**【检查】黏度** 精密称定聚氧乙烯适量（根据其平均名义分子量）于800ml烧杯中，加入125ml无水异丙醇，高速搅拌（400rpm）使分散均匀，加入相应体积的水，继续高速搅拌1分钟（应避免水的溅出），继续缓慢搅拌（60rpm）3小时至溶液无胶状物（以适当的方式防止水的挥发），在水浴中放置30分钟，使溶液的温度维持在 $25^\circ\text{C} \pm 0.1^\circ\text{C}$ ，采用合适的旋转粘度计和转子，依法检查（通则0633第三法），应符合标签规定（标签上需标明名义平均分子量和黏度计类型）。

#### 黏度测定溶液配制及其黏度

平均名义分子量	黏度测定溶液 (g 聚氧乙烯/不含二氧化碳的水 ml+异丙醇 ml)	动力黏度 (mPa s)	转速 (r/min)
100 000	30g/570+125	12~50	50
2000 000	30g/570+125	65~115	50
2 000 000	12g/588+125	2000~4000	10
5 000 000	6g/594+125	5500~7500	2
7 000 000	6g/594+125	7500~10000	2

**碱度** 取黏度测定项下的溶液依法测定（通则 0631），pH 值应为 8.0~10.0。

**干燥失重** 精密称定本品约4.0g，105℃干燥45分钟，减失重量不得过1.0%（通则0831）。

**二氧化硅** 取本品1.0g，精密称定，置炽灼至恒重的铂坩埚中，加硫酸4滴，加热至硫酸除尽，在700℃炽灼至恒重。加入1ml水使润湿，并缓缓加入氢氟酸20滴，蒸干后在700℃炽灼10分钟，放冷，称量。自加氢氟酸起，重复操作至恒重。以氢氟酸处理前后的净重差异计算二氧化硅含量，不得过3.0%。

**炽灼残渣** 取本品，照二氧化硅项下检查，按氢氟酸处理后的残留量计，不得过2.0%。

**重金属** 取本品1.0g，依法检查（通则0821 第二法），含重金属不得过百万分之十。

**碱土金属** 取本品1g，精密称定，加异丙醇100ml，搅拌均匀后加水600ml，高速搅拌

(400rpm)至样品溶解,加30%三乙醇胺溶液与10%氢氧化钠溶液各25ml,精密加入乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.01mol/L)25ml,继续搅拌15分钟,加羟基萘酚蓝(二钠盐)指示剂约1g,用硝酸钙滴定液(0.01mol/L)滴定至溶液显紫色,并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml硝酸钙滴定液(0.01mol/L)相当于0.5608mg的CaO。含碱土金属(以CaO计)不得过1.0%。

**环氧乙烷和二氧六环** 取本品1.0g,精密称定,置顶空瓶中,作为供试品。取环氧乙烷适量,精密称定,用水制成每1ml中约含0.05mg的溶液,作为环氧乙烷贮备液。精密量取环氧乙烷贮备液2ml至50ml量瓶中,加水稀释至刻度,作为环氧乙烷对照品溶液。另取二氧六环适量,精密称定,用水制成每1ml约含20μg的溶液,作为二氧六环对照品溶液。取本品约1.0g,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,作为对照品溶液。精密量取环氧乙烷对照品溶液0.5ml和二氧六环对照品溶液0.5ml至顶空瓶中,加入新配制的0.001%乙醛溶液0.1ml,密封,摇匀,作为系统适用性实验溶液。照气相色谱法(通则0521)测定,以聚二甲基硅氧烷为固定液(建议柱长为30m,内径为0.32mm,膜厚度为3.0μm),起始温度为50℃,维持5分钟,以5℃/min的速度升至180℃,再以30℃/min的速度升至230℃,维持5分钟。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45分钟,取系统适用性试验溶液顶空进样,调整仪器灵敏度使环氧乙烷和乙醛峰的峰高为满量程的15%,乙醛峰和环氧乙烷峰的分离度应符合规定,二氧六环峰高至少应为基线噪音的5倍以上。分别取供试品溶液与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%。按以下公式计算,含环氧乙烷不得过0.0001%,含二氧六环不得过0.001%。

$$\frac{At \times C \times 10^{-6}}{(As \times Wt) - (At \times Ws)} \times 100\%$$

**At:** 供试品中环氧乙烷或二氧六环的峰面积

**As:** 对照品中环氧乙烷或二氧六环的峰面积

**Wt:** 供试品中聚氧乙烯的重量, g

**Ws:** 对照品溶液中聚氧乙烯的重量, g

**C:** 对照品溶液中加入的环氧乙烷或二氧六环的量, μg

**2,6-二叔丁基对甲酚** 取正二十一烷适量,用丙酮溶解并稀释制成每1ml中含0.6mg的溶液,作为内标溶液,取2,6-二叔丁基对甲酚约20mg,精密称定,用丙酮溶解并稀释制成每1ml中含0.2mg的溶液,作为对照品贮备液。精密量取对照品贮备液15ml与内标溶液5ml,混匀,作为对照品溶液;另取本品3g,精密称定,置25ml量瓶中,加丙酮15ml与内标液5ml,振摇30分钟,离心,取上清液作为供试品溶液。分别取对照品溶液与供试品溶液各1μl,照气相色谱法(通则0521),用5%苯基-95%二甲基聚硅氧烷毛细管色谱柱,柱温50℃保持2分钟,以每分钟15℃的升温速率升温至300℃,维持10分钟,进样口温度为275℃,检测器为氢火焰离子化检测器,温度为310℃,载气为氮气,流速为2.5ml/min,内

标峰与 2,6-二叔丁基对甲酚的分离度应符合规定，依法测定，按内标法以峰面积计算，含 2,6-二叔丁基对甲酚不得过 0.1%。

**乙二醇、二甘醇** 精密称取本品约 0.5g，逐渐添加至已含有 25ml 干燥乙腈的广口瓶中，同时放置在磁力搅拌器上进行搅拌，调节转速减少凝结，直至获得均一溶液，得每 1ml 乙腈含有 20mg 的样品溶液，作为聚氧乙烯溶液。分别精密称取 3,5-二硝基苯甲酰氯约 3.46g 和二甲氨基吡啶约 0.74g 于 25ml 量瓶中，用乙腈溶解并定容至刻度，摇匀，分别制得 3,5-二硝基苯甲酰氯和二甲氨基吡啶贮备液。精密量取各贮备液 1ml 至 100ml 量瓶，乙腈稀释至刻度，摇匀，得相应的衍生化液（贮备液于 -20℃ 储存，工作液均临用现配）。精密移取乙二醇和二甘醇标准品各 100μl 于同一 100ml 量瓶中，乙腈稀释至刻度，得约每 1ml 溶液分别含乙二醇和二甘醇 1mg 的混合标准液。

精密移取 1ml 聚氧乙烯溶液（必要时可略微加热以便于量取）至顶空瓶，加入 3,5-二硝基苯甲酰氯和二甲氨基吡啶衍生化液各 0.5ml，密封，混合。将顶空瓶放置于 85℃ 水浴中振荡 2 小时，冷却至室温。再加 0.5ml 去离子水至顶空瓶中淬灭反应，密封，混合。取适量溶液经 0.45μm 滤膜（聚四氟乙烯膜）过滤后，与初始比例流动相（水：甲醇（70:30））1:1 混合后作为供试品溶液。精密移取 1ml 乙腈和 20μl 混合标准液至顶空瓶，同上操作，作为对照品溶液。对照品溶液中乙二醇峰和二甘醇峰间分离度应符合规定。

照液相色谱法（通则 0512）测定，以辛基硅烷键合硅胶为填充剂，柱温 50℃，以水为流动相 A，甲醇为流动相 B，梯度洗脱（A：B）：0 min（70:30）-5 min（70:30）-15 min（60:40）-20 min（60:40）-20.1 min（10:90）-30 min（10:90）-30.1 min（70:30）-35 min（70:30），检测波长 225nm。精密量取对照品溶液和供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，按外标法以峰面积分别计算，含乙二醇和二甘醇均不得过 0.1%。

**【标签】**应标明名义平均分子量和黏度测定所用的黏度计类型。如含有抗氧化剂，应标明其种类与含量。

**【类别】**药用辅料，崩解剂、阻滞剂等。

**【贮藏】**避光密封保存。

#### **硝酸钙滴定液（0.01mol/L）**

$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = 236.15$

2.3g → 1000ml

**【配制】**取硝酸钙 2.3g，加水适量使溶解成 1000ml，摇匀

**【标定】**精密量取乙二胺四醋酸二钠滴定液（0.01mol/L）25ml，置碘瓶中，加 30% 三乙醇胺溶液与 10% 氢氧化钠溶液各 25ml，加入羟基萘酚蓝（二钠盐）指示剂 0.3g，用硝酸钙滴定液（0.01mol/L）滴定至溶液显紫色，并将滴定的结果用空白试验校正。根据本液的消耗量，算出本液的浓度，即得。

**【贮藏】**密闭保存。