

$$\text{羧甲基酸取代度 } A = \frac{1150M}{(7102-412M-80C)}$$

式中  $M$  为中和 1g 供试品(按干燥品计算)所需氢氧化钠的毫摩尔数;

$C$  为供试品在炽灼残渣项下得到的炽灼残渣百分数。

照下式计算羧甲基钠取代度  $S$ ：

$$\text{羧甲基钠取代度 } S = \frac{(162+58A) \times C}{(7102-80C)}$$

按干燥品计算，羧甲基酸与羧甲基钠的取代度( $A+S$ )应为 0.60~0.85。

**氯化钠与乙醇酸钠** 氯化钠 取本品约 5.0g，精密称定，置 250ml 烧杯中，加水 50ml 和 30% 过氧化氢溶液 5ml，置水浴上加热 20 分钟并不断搅拌。放冷，加水 100ml 与硝酸 10ml，在不断搅拌条件下，用硝酸银滴定液(0.05mol/L)滴定，银电极电位法指示滴定终点。每 1ml 硝酸银滴定液(0.05mol/L)相当于 2.922mg 的 NaCl。

**乙醇酸钠** 避光操作。取本品约 0.5g，精密称定，置 100ml 烧杯中，加冰醋酸与水各 5ml，搅拌 15 分钟。相继缓慢加入丙酮 50ml 和氯化钠 1g 后，搅拌数分钟；滤过，并用丙酮完全定量转移至 100ml 量瓶中，用丙酮稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另取室温减压干燥 12 小时的乙醇酸对照品约 0.1g，精密称定，置 100ml 量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，分别精密量取 1.0ml、2.0ml、3.0ml 与 4.0ml，置 100ml 量瓶中，分别加水至 5ml，加冰醋酸 5ml，用丙酮稀释至刻度，作为系列浓度的对照品溶液。取供试品溶液与上述对照品溶液各 2.0ml，分别置 25ml 量瓶中，置水浴中加热 20 分钟，挥去丙酮，取出，冷却后加入 2,7-二羟基萘溶液(取 2,7-二羟基萘 10mg，加硫酸 100ml 溶解后，放置至溶液的颜色褪去，2 天内使用) 5.0ml，混匀后，再加入 2,7-二羟基萘溶液 15.0ml，混匀，用铝箔盖住量瓶口，置水浴中加热 20 分钟，冷却，加硫酸稀释至刻度，混匀。同时取含 5% 水与 5% 冰醋酸的丙酮溶液 2.0ml 作为空白溶液，同法操作。照紫外-可见分光光度法(通则 0401)，在 540nm 的波长处测定吸光度。绘制标准曲线，计算供试品中乙醇酸的含量，照下式计算供试品中乙醇酸钠的百分含量：

$$\text{乙醇酸钠的百分含量} = \frac{1.29w}{(1-b)W} \times 100\%$$

式中  $w$  为供试品中乙醇酸的含量，mg；

1.29 为乙醇酸与乙醇酸钠换算系数；

$b$  为供试品的干燥失重；

$W$  为供试品的取样量，mg。

按干燥品计算，氯化钠与乙醇酸钠总量不得过 0.5%。

**水中可溶物** 取本品约 10g，精密称定，加水 800ml，并在 30 分钟内每 10 分钟搅拌 1 分钟，放置 1 小时后，取上层液(必要时离心)200ml 经快速滤纸减压滤过，取续滤液 150ml 置预先恒重的 250ml 烧杯中，精密称定滤液的重量，

加热浓缩至干，在 105℃ 干燥 4 小时，精密称定，计算残渣的重量，照下式计算水中可溶物的含量：

$$\text{水中可溶物的含量} = \frac{W_1(800+W_2)}{W_2W_3(1-b)} \times 100\%$$

式中  $W_1$  为残渣的重量，g；

$W_2$  为供试品的取样量，g；

$W_3$  为滤液的重量，g；

$b$  为供试品的干燥失重。

按干燥品计算，水中可溶物不得过 10.0%。

**干燥失重** 取本品，在 105℃ 干燥 6 小时，减失重量不得过 10.0%(通则 0831)。

**炽灼残渣** 取本品 1.0g，依法检查(通则 0841)。按干燥品计算，遗留残渣应为 14.0%~28.0%。

**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十。

**【类别】** 药用辅料，崩解剂和填充剂等。

**【贮藏】** 密封保存。

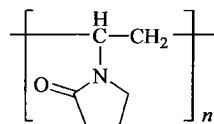
**【标示】** 应标明粒度分布的标示值。

注：本品极具引湿性。

## 交联聚维酮

Jiaolian Juweitong

### Crospovidone



[9003-39-8]

本品为 *N*-乙烯-2-吡咯烷酮合成交联的不溶于水的均聚物。分子式为  $(C_6H_9NO)_n$ ，其中  $n$  代表 1-乙烯基-2-吡咯烷酮链节的平均数。按无水物计算，含氮(N)应为 11.0%~12.8%。

**【性状】** 本品为白色或类白色粉末。

本品在水、乙醇或三氯甲烷中不溶。

**【鉴别】** (1) 取本品 1g，加水 10ml 振摇使分散成混悬液，加碘试液 0.1ml，振摇 30 秒，加淀粉指示液 1ml，振摇，应无蓝色产生。

(2) 本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

**【检查】酸碱性** 取本品 1.0g，加水 100ml 搅拌使成均匀混悬液，依法测定(通则 0631)，pH 值应为 5.0~8.0。

**水中可溶物** 取本品 25.0g，置烧杯中，加水 200ml，搅拌 1 小时，用水定量转移至 250ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，静置(一般不超过 24 小时)，取上层溶液，离心 30 分钟(每分钟 3500 转)，取上清液经 0.45μm 滤膜滤过，精密量取续滤液 50ml，置已在 105℃ 干燥 3 小时并称重的烧杯中，蒸发至

干, 在 105℃ 干燥 3 小时, 遗留残渣不得过 50mg(1.0%)。

**N-乙烯-2-吡咯烷酮** 取本品约 1.25g, 精密称定, 精密加水 50ml, 振摇使分散, 密塞, 振荡 1 小时, 静置后, 取上清液滤过, 续滤液作为供试品溶液; 另取 N-乙烯-2-吡咯烷酮对照品适量, 精密称定, 用流动相溶解并稀释制成每 1ml 约含 0.25μg 的溶液, 作为对照品溶液。另取 N-乙烯-2-吡咯烷酮对照品和乙酸乙烯酯适量, 用甲醇溶解并制成每 1ml 中含 N-乙烯-2-吡咯烷酮 1μg 与乙酸乙烯酯 50μg 的溶液, 作为系统适用性溶液。照高效液相色谱法(通则 0512)测定, 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂, 以乙腈-水(8:92)为流动相, 检测波长为 235nm。取系统适用性溶液 20μl, 注入液相色谱仪, 记录色谱图, N-乙烯-2-吡咯烷酮峰与乙酸乙烯酯峰的分离度应符合规定。精密量取供试品溶液与对照品溶液各 20μl, 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 按外标法以峰面积计算, 不得过 0.001%。

**过氧化物** 取本品 4.0g (按无水物计算), 加水 100ml 搅拌使成均匀混悬液, 作为贮备液。精密量取贮备液 25ml, 加三氯化钛-硫酸溶液 2.0ml, 摇匀, 放置 30 分钟, 作为供试品溶液; 另精密量取贮备液 25ml, 加硫酸溶液(13→100) 2.0ml, 摇匀, 放置 30 分钟, 作为空白溶液。照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 405nm 的波长处测定吸光度, 不得过 0.35 (相当于 0.04% 的 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)。

**水分** 取本品, 照水分测定法(通则 0832)测定, 含水量不得过 5.0%。

**炽灼残渣** 取本品 2.0g, 依法检查(通则 0841), 遗留残渣不得过 0.1%。

**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十。

**砷盐** 取本品 1.0g, 置凯氏烧瓶中, 加硫酸 5ml, 小火加热至完全炭化后(必要时可添加硫酸, 总量不超过 10ml), 缓缓滴加浓过氧化氢溶液, 待反应停止, 继续加热, 并滴加浓过氧化氢溶液至溶液无色, 放冷, 加水 10ml, 蒸发除尽过氧化氢, 加盐酸 5ml 与水适量, 依法检查(通则 0822), 应符合规定(不得过 0.0002%)。

**【含量测定】** 取本品约 0.2g, 精密称定, 照氮测定法(通则 0704 第一法或第三法)测定, 计算, 即得。

**【类别】** 药用辅料, 崩解剂和填充剂等。

**【贮藏】** 避光, 密封保存。

**【标示】** 应标明本品粒度分布的标示范围。

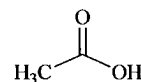
**附: 三氯化钛-硫酸溶液的配制** 量取 15% 三氯化钛溶液(取 15g 三氯化钛溶于 100ml 稀盐酸中) 20ml, 在冰浴下与硫酸 13ml 小心混合均匀, 加适量浓过氧化氢溶液至出现黄色, 加热至冒白烟, 放冷, 反用水稀释并蒸发至溶液近无色, 加水得无色溶液, 并加水至 100ml, 摇匀, 即得。

注: 本品极具引湿性。

## 冰 醋 酸

Bingcusuan

Glacial Acetic Acid



C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub> 60.05

[64-19-7]

本品含 C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub> 不得少于 99.0%(g/g)。

**【性状】** 本品为无色的澄明液体或无色的结晶块; 有强烈的特臭。

本品可与水、乙醇、甘油混溶。

**凝点** 本品的凝点(通则 0613)不低于 14.8℃。

**【鉴别】**(1) 取本品 1ml, 加水 1ml, 用氢氧化钠试液中和, 加三氯化铁试液, 即显深红色; 煮沸, 即生成红棕色的沉淀; 再加盐酸, 即溶解成黄色溶液。

(2) 取本品少许, 加硫酸与少量的乙醇, 加热, 即发生乙酸乙酯的香气。

**【检查】氯化物** 取本品 10ml, 加水 20ml。依法检查(通则 0801), 与标准氯化钠溶液 4.0ml 制成的对照液比较, 不得更深(0.0004%)。

**硫酸盐** 取本品 20ml, 加 1% 无水碳酸钠溶液 1ml, 置水浴上蒸干, 依法检查(通则 0802), 与标准硫酸钾溶液 1.0ml 制成的对照液比较, 不得更深(0.0005%)。

**甲酸与易氧化物** 取本品 5ml, 加水 10ml 稀释后, 分取 5ml, 加重铬酸钾滴定液(0.016 67mol/L) 2.5ml 与硫酸 6ml, 放置 1 分钟, 再加水 20ml, 冷却至 15℃, 加碘化钾试液 1ml, 应显深黄色或棕色。

**乙醛** 取本品 1.8ml, 精密称定, 置 10ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 取 2.5ml, 置顶空瓶中, 加 3.2mol/L 氢氧化钠溶液 2.5ml, 立即密封, 摇匀, 作为供试品溶液; 另取乙醛对照品适量, 精密称定, 加 1.6mol/L 醋酸钠溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.01mg 的溶液, 精密量取 5ml, 置顶空瓶中, 密封, 作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定, 以聚乙二醇(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱; 柱温 35℃, 维持 5 分钟, 以每分钟 30℃ 的速率升温至 120℃, 维持 2 分钟; 进样口温度 200℃; 检测器温度 250℃; 顶空平衡温度为 80℃, 平衡时间为 30 分钟。取供试品溶液和对照品溶液分别顶空进样, 记录色谱图, 按外标法以峰面积计算, 含乙醛不得过 0.01%。

**高锰酸钾还原物质** 取本品 2ml, 加水 10ml 与高锰酸钾滴定液(0.02mol/L) 0.10ml, 摇匀, 放置 30 分钟, 粉红色不得完全消失。