

## 附录IX M 乙醇量测定法

### 一、气相色谱法

本法系采用气相色谱法(附录VI E)测定各种制剂中在 20℃时乙醇(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH)的含量(%) (ml/ml)。除另有规定外, 按下列方法测定。

#### 第一法(毛细管柱法)

**色谱条件与系统适用性试验** 用键合交联聚乙二醇为固定液的毛细管柱; 柱温: 程序升温, 50℃保持 7 分钟, 然后以每分钟 10℃的速率升温至 110℃; 进样口温度 190℃; 检测器(FID)温度 220℃; 分流进样; 载气: N<sub>2</sub>。理论板数按正丙醇峰计算应不低于 8000, 乙醇和正丙醇两峰的分离度应大于 2.0。

**校正因子测定** 精密量取恒温至 20℃的无水乙醇 4ml、5ml、6ml, 分别置 100ml 量瓶中, 分别精密加入恒温至 20℃的正丙醇(作为内标物质) 5ml, 加水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取上述各溶液 1ml, 分别置 100ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀(必要时可进一步稀释), 作为对照品溶液。取上述三种溶液各适量, 注入气相色谱仪, 分别连续进样 3 次, 测定峰面积, 计算校正因子, 所得校正因子的相对标准偏差不得大于 2.0%。

**测定法** 精密量取恒温至 20℃的供试品适量(相当于乙醇约 5ml), 置 100ml 量瓶中, 精密加入恒温至 20℃的正丙醇 5ml, 加水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取该溶液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀(必要时可进一步稀释), 作为供试品溶液。取 1μl 注入气相色谱仪, 测定, 即得。

#### 第二法(填充柱法)

**色谱条件与系统适用性试验** 用直径为 0.25~0.18mm 的二乙烯苯-乙基乙烯苯型高分子多孔小球作为载体, 柱温为 120~150℃。理论板数按正丙醇峰计算应不低于 700, 乙醇和正丙醇两峰的分离度应大于 2.0。

**校正因子测定** 精密量取恒温至 20℃的无水乙醇 4ml、5ml、6ml, 分别置 100ml 量瓶中, 分别精密加入恒温至 20℃的正丙醇(作为内标物质) 5ml, 加水稀释至刻度, 摇匀, (必要时可进一步稀释)。取上述三种溶液适量, 注入气相色谱仪, 分别连续进样 3 次, 测定峰面积, 计算校正因子, 所得校正因子的相对标准偏差不得大于 2.0%。

**测定法** 精密量取恒温至 20℃的供试品溶液适量(相当于乙醇约 5ml), 置

100ml 量瓶中，精密加入恒温至 20℃的正丙醇 5ml，加水稀释至刻度，摇匀（必要时可进一步稀释），取适量注入气相色谱仪，测定，即得。

## 二、蒸馏法（略）

**【附注】**（1）在不含内标物质的供试品溶液的色谱图中，与内标物质峰相应的位置处不得出现杂质峰。

（2）采用毛细管柱测定时，若不符合系统适用性要求，如峰形变差，可适当升高柱温进行老化后再进行测定。

（3）采用气相色谱法测定时，应避免甲醇或其他成分对测定的干扰。

（4）除另有规定外，若蒸馏法测定结果与气相色谱法不一致，以气相色谱法测定结果为准。