

附录IX T 甲醇量检查法

本法系用气相色谱法（附录VI E）测定酒剂或酊剂中甲醇的含量。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，40℃保持5分钟，然后以每分钟10℃的速率升温至200℃，保持5分钟。进样口温度150℃；检测器（FID）温度200℃；分流进样；载气：N₂。顶空进样器参数如下：平衡温度为85℃，传输管温度为110℃，进样环温度为105℃，平衡时间为15~20分钟。理论板数按甲醇峰计算应不低于10000；甲醇峰与其他色谱峰的分离度应不低于1.5。

对照品溶液的制备 精密量取甲醇1ml，置100ml量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，精密量取10ml，置100ml量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得。

供试品溶液的制备 取供试品作为供试品溶液。

测定法 分别精密量取对照品溶液与供试品溶液各3ml，置10ml顶空进样瓶中，密封，气体进样，测定，按外标法以峰面积计算，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125℃。理论板数按甲醇峰计算应不低于1500；甲醇、乙醇和内标物质各相邻色谱峰之间的分离度应符合规定。

校正因子测定 精密量取正丙醇1ml，置100ml量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，作为内标溶液。另精密量取甲醇1ml，置100ml量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，精密量取10ml，置100ml量瓶中，精密加入内标溶液10ml，用水稀释至刻度，摇匀，取1μl注入气相色谱仪，连续进样3~5次，测定峰面积，计算校正因子。

测定法 精密量取内标溶液1ml，置10ml量瓶中，加供试液稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液，取1μl注入气相色谱仪，测定，即得。

除另有规定外，供试液含甲醇量不得过0.05%（ml/ml）。

【附注】（填充柱法）（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应不出现杂质峰。

(2) 内标物质峰相应的位置处若出现干扰峰，可改用外标法测定。