

2-乙基己酸测定法

本法照气相色谱法（附录 V E）测定。

内标溶液的配制：

称取 3-环己丙酸 100mg，置 100ml 量瓶中，用环己烷溶解并稀释至刻度。

供试品溶液的制备：

精密称取供试品 0.3g，加入 33%(v/v)盐酸溶液 4.0ml 使溶解，再加入内标溶液 1ml，剧烈振摇 1 分钟，静置分层(如有必要,可离心)，取上层溶液作为供试品溶液。必要时可进行二次提取：分取出下层溶液，加入内标溶液 1ml，剧烈振摇 1 分钟，静置分层(如有必要,可离心)，弃去下层溶液，合并上清液，作为供试品溶液。

对照品溶液的制备

精密称取 2-乙基己酸对照品 75mg，置 50ml 量瓶中，用内标溶液溶解并稀释至刻度。量取该溶液 1.0ml，加入 33%(v/v)盐酸溶液 4.0ml 使溶解，剧烈振摇 1 分钟，静置分层(如有必要,可离心)，取上层溶液作为对照品溶液。如供试品进行两次提取，对照品也相应进行两次提取：分取出下层溶液，加入内标溶液 1ml，再剧烈振摇 1 分钟，静置分层(如有必要,可离心)，弃去下层溶液，合并上清液，作为对照品溶液。

测定法

色谱条件

柱温为 150℃；以氮气为载气，柱流速为 1.0ml/min，进样口温度为 200℃；火焰离子化检测器（FID）检测，温度为 300℃；分流比为 20：1；进样量为 1 μ l。

色谱柱

极性气相色谱柱，固定液为聚乙二醇(PEG-20M)或极性相似的毛细管柱。

系统适用性试验

- (1) 2-乙基己酸峰的理论塔板数应不低于 5000；
- (2) 各色谱峰之间的分离度应大于 2.0；
- (3) 对照品溶液连续进样 5 次，计算色谱图中 2-乙基己酸峰与内标物峰峰面

积之比的相对标准偏差(RSD)，应不大于 5%。

按照以下公式计算 2-乙基己酸的百分含量 (%)：

$$\frac{A_T \times I_R \times M_R \times 2}{A_R \times I_T \times M_T}$$

A_T = 供试品溶液色谱图中 2-乙基己酸的峰面积，

A_R = 对照品溶液色谱图中 2-乙基己酸的峰面积，

I_R = 对照品溶液色谱图中内标物的峰面积，

I_T = 供试品溶液色谱图中内标物的峰面积，

M_T = 供试品溶液中待测物的重量，以 g 计算，

M_R = 对照品溶液中待测物的重量，以 g 计算。