

含乙醇制剂中乙醇量测定

于永庆, 金迁

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 将溶有供试品、内标物的水样置于顶空瓶中, 在一定的温度下经一定时间的平衡, 水中的乙醇、正丙醇逸至上部空间, 并在气液两相中达到动态的平衡。此时, 乙醇、正丙醇在气相中的浓度与它在液相中的浓度成正比。用带有氢火焰检测器 (FID) 的气相色谱仪, 采用 CB-624 毛细色谱柱对气相中乙醇、正丙醇的浓度进行测定, 用内标法计算出水样中乙醇的浓度; 理论塔板数按乙醇峰计算为 37530 (>10000), 乙醇峰与正丙醇峰的分度度 $R=25.374$ (>2); 两份对照品溶液所得的 6 次校正因子的相对标准偏差为 1.68% ($<2\%$)。

关键词: 乙醇; 测定

1 执行标准

《2015 版中国药典第四部分 0711 乙醇量测定法》第一法 (毛细管柱法)

2 试剂及标准品

2.1 试剂

2.1.1 实验室用水, 为新制备的不含有机物的去离子水或蒸馏水。

2.1.2 无水乙醇, 色谱纯或优级纯。

2.1.3 正丙醇色谱纯或优级纯。

3 试剂配制

3.1 对照品溶液的配制

分别用 50 μ L、25 μ L 微量注射器精密吸取恒温至 20 $^{\circ}$ C 的无水乙醇 25 μ L、恒温至 20 $^{\circ}$ C 正丙醇 12.5 μ L 至装有大量实验室用水 (2.1.1) 的 25mL 容量瓶中, 再用实验室用水 (2.1.1) 稀释至刻度, 摇匀。平行制备两份, 待测。

3.2 供试品溶液的配制

用微量注射器精密吸取恒温至 20 $^{\circ}$ C 的供试品适量 (相当于乙醇约 25 μ L) 至装有大量实验室用水 (2.1.1) 的 25mL 容量瓶中; 再用 25 μ L 微量注射器精密吸取恒温至 20 $^{\circ}$ C 的正丙醇 12.5 μ L 至上述容量瓶中, 再用实验室用水 (2.1.1) 稀释至刻度, 摇匀。待测。

4 使用仪器设备

4.1 福立 GC9720 气相色谱仪，配有氢火焰检测器（FID）

4.2 Model DK5001A 全自动顶空仪

4.3 CB-624/30m*0.32mm*1.8um 毛细柱

4.4 微量注射器：25uL、50uL、100uL

4.5 5mL 刻度移液管

4.6 顶空瓶：20mL，螺旋口或钳口顶空瓶，密封盖（螺旋盖或一次使用的压盖），密封垫（硅橡胶、丁基橡胶或氟橡胶材料）。

4.7 顶空瓶压盖器。

4.8 容量瓶：25mL

5 测定

5.1 顶空进样器参考条件

顶空样品瓶加热温度：85℃；进样针温度：120℃；传输线温度：130℃；样品瓶加热平衡时间：20min。

5.2 色谱条件

5.2.1 色谱柱：CB-624 石英毛细管柱，柱长 30m，内径 0.32mm，膜厚 1.8um

5.2.2 色谱柱温度：初温 50℃，保持 2min，以 3℃/min 升到 65℃，再以 25℃/min 升到 200℃。

5.2.3 检测器温度：200℃

5.2.4 进样口温度：220℃

5.2.5 载气流量（N₂）：1.5 mL/min

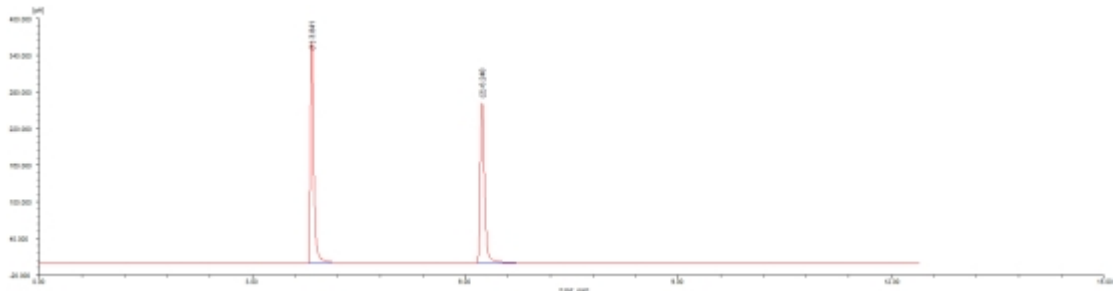
5.2.6 进样量：1.0 mL

5.2.6 分流比：20:1

5.3 系统适用性实验

理论塔板数按乙醇峰计算为 37530（>10000），乙醇峰与正丙醇峰的分离度 $R=25.374$

（>2），见下图：



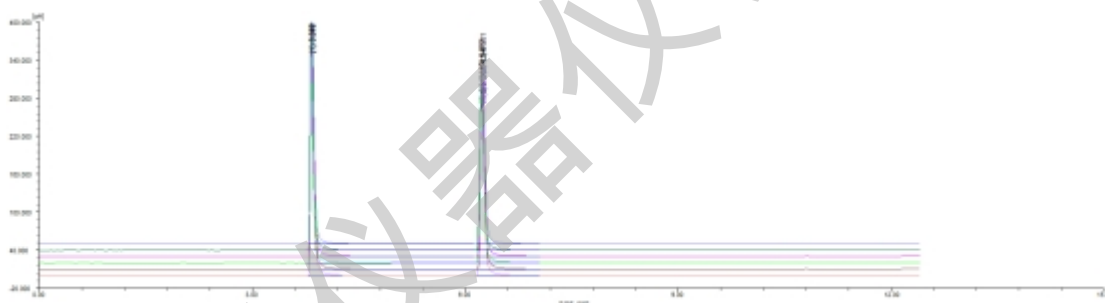
峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	容量因子	理论塔板数	分离度
1	乙醇	3.841	0.047	0.000	37530	0.000
2	正丙醇	6.240	0.065	0.000	51589	25.374

5.4 校正因子测定

用 5mL 刻度移液管精密量取 3mL 对照品溶液 (4.1), 至 20mL 顶空进样瓶中, 密封待测。每份对照品溶液进样 3 次, 测定峰面积, 计算得平均校正因子为 2.0003, 所得的 6 次校正因子的相对标准偏差为 1.68% (<2%), 校正因子见下表, 重复性谱图见下图:

表 1 校正因子计算结果

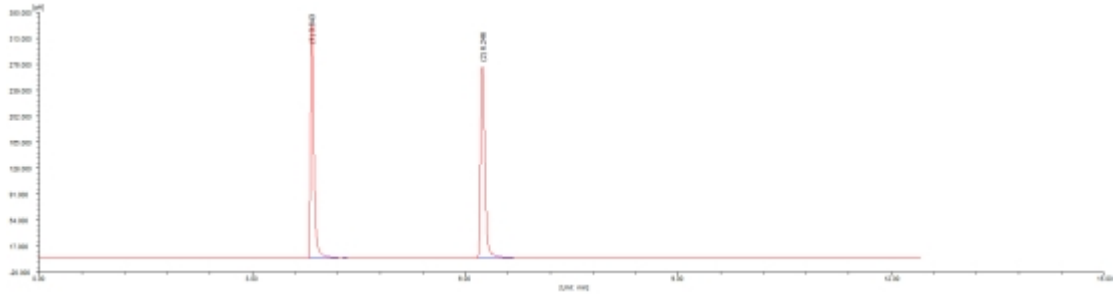
乙醇, uL	25						平均校正因子	校正因子相对标准偏差
正丙醇, uL	12.5						正因子	标准偏差
乙醇峰面积, fA*s	1196382.1	1218743.1	1207515	1236771	1236334.8	1243881.7		
正丙醇峰面积, fA*s	1186615.2	1198800	1183489.6	1256159.2	1255661.8	1261394.6		
校正因子 f	1.9837	1.9672	1.9602	2.0314	2.0313	2.0282	2.0003	1.68%



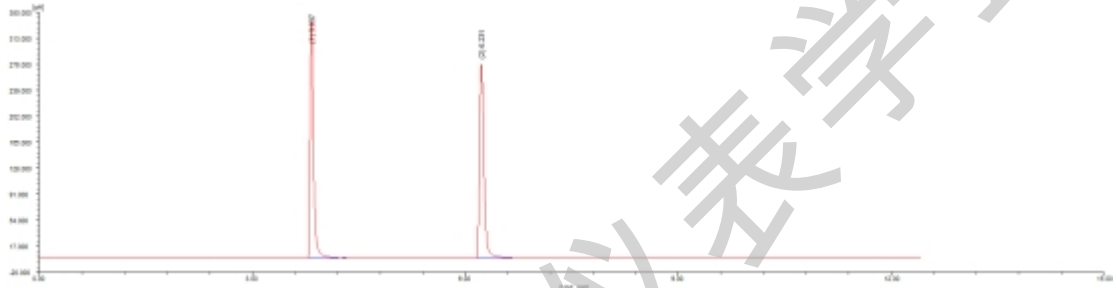
序号	组分名	平均时间	时间RSD%	平均面积	面积RSD%	平均峰高	峰高RSD%	平均含量	含量RSD%	谱图数
1	乙醇	3.841	0.107	1223271.2	1.5379	362860.9	0.8804	49.9989	0.8430	6
2	正丙醇	6.242	0.107	1223686.6	3.0812	271861.8	3.2196	50.0011	0.8430	6

5.5 碘酊中乙醇测定

用 100uL 微量注射器精密吸取恒温至 20°C 的碘酊 (市售: 河北健宁药业有限公司) (相当于乙醇约 25uL) 至装有大量实验室用水 (3.1.1) 的 25mL 容量瓶中; 再用 25uL 微量注射器精密吸取恒温至 20°C 的正丙醇 12.5uL 至上述容量瓶中, 再用实验室用水 (3.1.1) 稀释至刻度, 摇匀。用 5mL 刻度移液管精密量取 3mL 上述溶液, 至 20mL 顶空进样瓶中, 密封, 平行测定两次, 分别得乙醇量为 45.9826% (ml/ml), 45.8627% (ml/ml), 谱图如下:



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	乙醇	3.843	0.047	333719.3	1132993.9	47.9091	45.9826
2	正丙醇	6.246	0.065	273396.1	1231888.0	52.0909	
总计:				607115.5	2364882.0	100.0000	45.9826



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	乙醇	3.837	0.047	338184.0	1141610.0	47.8440	45.8627
2	正丙醇	6.231	0.065	277679.0	1244501.2	52.1560	
总计:				615863.0	2386111.0	100.0000	45.8627