

0851 甲醇量检查法

本法系用气相色谱法（附录 0521）测定~~溶剂或~~酊剂等含乙醇制剂中甲醇的含量。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 采用（6%）氰丙基苯基-（94%）二甲基聚硅氧烷为固定液的毛细管柱；起始温度为 40℃，维持 2 分钟，以每分钟 3℃的速率升温至 65℃，再以每分钟 25℃的速率升温至 200℃，维持 10 分钟；进样口温度 200℃；检测器（FID）温度 220℃；~~采用合适的比例分流进样，分流比为 1:1；~~顶空进样平衡温度为 85℃，平衡时间为 20 分钟。理论板数按甲醇峰计算应不低于 10 000，甲醇峰与其他色谱峰的分离度应大于 1.5。

测定法 取供试液作为供试品溶液。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 5ml，置 100ml 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。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，顶空进样。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 0.18~0.25mm 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；甲醇峰、乙醇峰与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，~~加水用水溶解并稀释~~至刻度，摇匀，作为内标溶液。另精密量取甲醇 1ml，置 100ml 量瓶中，~~加水用水稀释~~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 1 μ l 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，加供试液至刻度，摇匀，作为供试品溶液，取 1 μ l 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】（1）~~如采用填充柱法时，内标物质峰相应的位置出现杂质峰，可改用外标法测定。~~如采用毛细管柱法时，建议选择大口径、厚液膜色谱柱，规格为 0.53mm $\times$ 30m，3.00 μ m。

（2）~~建议选择大口径、厚液膜色谱柱，规格为 30m $\times$ 0.53mm $\times$ 3.00 μ m。~~如采用填充柱法时，内标物质峰相应的位置出现杂质峰，可改用外标法测定。