

## 乙醇挥发性杂质测定

SGLC-GC-029

**摘要：**本文建立了乙醇中挥发性杂质的 GC 测定方法。结果表明，参照中国药典的分析方法，采用色谱柱 SH-624 (30 m, 0.32 mm × 1.8 μm) 分析对照溶液 (b)，乙醛和甲醇的分离度大于 1.5，峰形和重现性良好，满足《中国药典》需求。此方法可为乙醇中挥发性杂质的测定提供参考。

**关键词：**乙醇 挥发性杂质 SH-624 GC

### 1. 实验部分

#### 1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu GC-2030 气相色谱仪；

色谱柱：SH-624 (30 m, 0.32 mm × 1.8 μm; P/N: 221-75864-30; S/N: 1576337)；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；

GC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34002-01)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

#### 1.2 对照品溶液的制备

对照溶液 (b)：精密量取无水甲醇 50 μL 及称取乙醛约 39.17mg 于同一 50 mL 容量瓶中，溶剂（无水乙醇）定容，精密移取 100 μL 于 10 ml 容量瓶中，溶剂定容。

对照溶液 (DZ)：精密量取无水甲醇 2 ml、乙缩醛 300 μL、苯 20 μL、4-甲基-2-戊醇 3 ml 于同一 100 mL 容量瓶中，溶剂定容，精密量取 1ml 于 100 ml 容量瓶中，溶剂定容。

#### 1.3 分析条件

色谱柱：**SH-624 (30 m, 0.32 mm × 1.8 μm; P/N: 221-75864-30; S/N: 1576337)**

升温程序：40℃维持 12 分钟，以每分钟 10℃的速率升温至 240℃，维持 10 分钟。

载气：N<sub>2</sub>

检测器：FID，温度：280℃

进样口温度：200℃

分流模式：分流 (20:1)

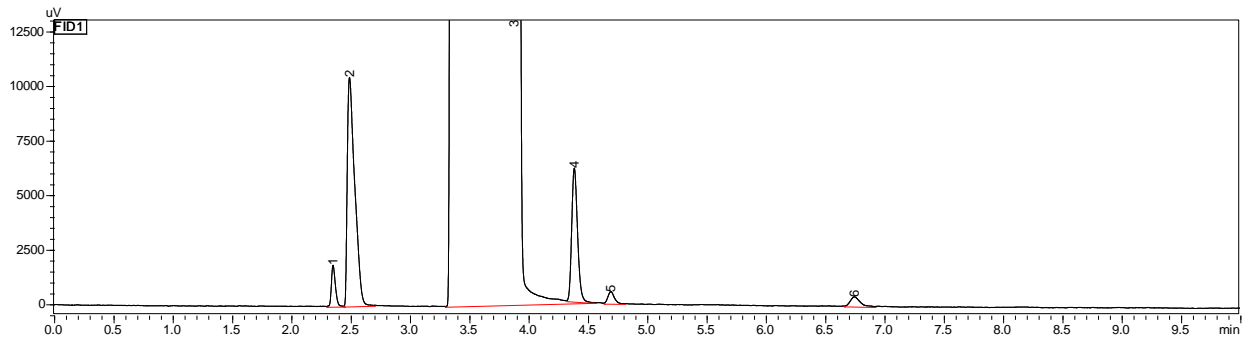
进样方式：恒线速度

初始流速：2 mL/min

进样量：1  $\mu$ L

## 2. 结果及讨论

按照上述色谱条件（1.3）进行采集，对照溶液（b）色谱图如下：

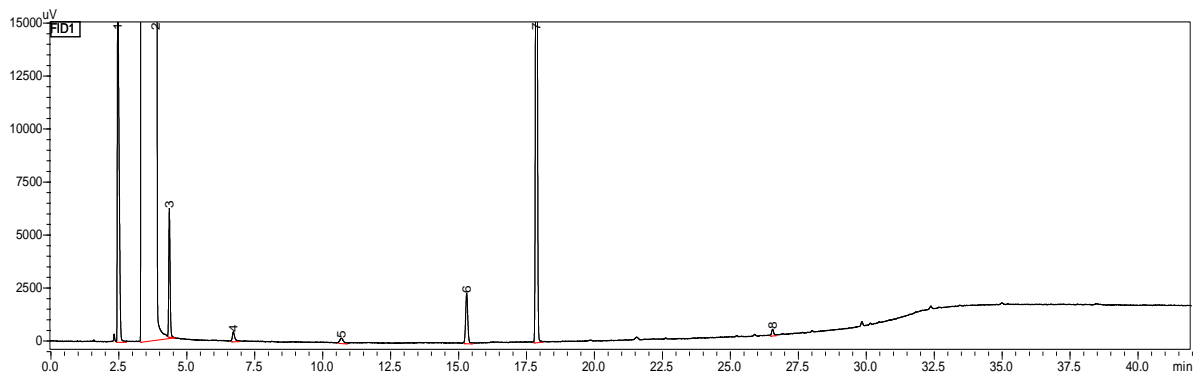


峰号	目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔数	拖尾因子	分离度
1	乙醛	2.354	3959	1751	24703	1.315	--
2	甲醇	2.494	40731	9430	8348	2.005	1.657

### 重现性

峰号	保留时间 (min)				面积 (Area)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
1	2.354	2.355	2.354	0.02	3959	4297	4310	4.75
2	2.494	2.493	2.493	0.02	42731	45593	46405	4.30

按照上述色谱条件（3.1）进行采集，对照溶液（DZ）色谱图如下：



峰号	目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔数	拖尾因子	分离度
1	甲醇	2.492	76808	17598	7994	2.006	--
5	苯	10.712	1610	207	44083	1.129	23.121
6	乙缩醛	15.326	12473	2343	195178	1.076	26.916
7	4-甲基-2-戊醇	17.893	179673	46724	500658	1.057	21.393

### 3. 结论

本文建立了乙醇中挥发性杂质的 GC 测定方法。结果表明，参照中国药典的分析方法，采用色谱柱 SH-624 (30 m, 0.32 mm × 1.8 μm) 分析对照溶液 (b)，乙醛和甲醇的分离度大于 1.5，峰形和重现性良好，满足《中国药典》需求。此方法可为乙醇中挥发性杂质的测定提供参考。