

(四) 样品液制备与测定 1. 含苯甲酸糖浆:

取糖浆10ml于分液漏斗中, 加乙醚 20ml, 2.5mol/L H₂SO₄ 2ml 分二次提取, 合并乙醚层并挥干, 残渣用10ml甲醇-硫酸液(4:1)溶解, 在沸水浴中回流60min, 取出加水5ml摇匀, 加25ml 氯仿分三次提取, 合并氯仿层并浓缩至8ml左右, 再转移至10ml量瓶中, 加内标1ml, 用氯仿加至刻度, 进样1 μ l。2. 含苯甲酸钠糖浆: 取糖浆 10ml于分液漏斗中, 按文献(5)中“苯甲酸含量测定”项中方法将苯甲酸钠酸化为苯甲酸, 再用乙醚提取苯甲酸, 以下操作同“含苯甲酸糖浆”, 进样1 μ l。

表 1 样品测定结果 (以苯甲酸计) n=5

样品名称	批号	产地	本 法		直接气相法	
			含量g/ 1 ml	CV%	含量g/ 1 ml	CV%
贝母枇杷糖浆	8812 1	河西	0.2 6	0.5	0.212	0.7
贝母枇杷糖浆	88 1 9	天水	0.167	0.7	0.165	1.2
半夏露	871228	苏州	0.38	1.0	0.332	0.6
半夏露	8812 1	河西	0.212	1.4	0.217	0.3
维生素补血露	871113	西安	0.300	0.5	0.3 8	0.5

结果与讨论

(一) 在本色谱条件下苯甲酸衍生物 出峰单

毛细管气相色谱法分析正丙醇

刘廷强 尹文乐 唐敦立

(湖南省湘中制药厂, 邵阳, 422000)

正丙醇是生产丙戊酸钠、丙硫咪唑及作为生产酯类、醚类、醇类和黄原酸盐等医药化工的重要有机原料, 我国尚不生产, 靠国外进口。在产品质量检查中, 国内化学试剂采用馏程法馏程范围96~98℃, 馏出体积大于95%(1), 我们在分析正丙醇过程中, 发现用馏程法测其含量无法保证质量, 为此采用毛细管气相色谱法对正丙醇进行了定性定量分析(2),

实验条件

(一) **仪器和试剂** 1. 日本岛津公司GC-9AM气相色谱仪, 配有C-R3A 色谱数据处理机。2. 正丙醇、异丙醇、正丁醇、异丁醇均为色谱纯, 乙醇

一, 无杂质干扰, 专属性强。

(二) 本法操作简便, 灵敏度高, 可作为糖浆剂中苯甲酸与苯甲酸钠限量常规检查方法之一。

参 考 文 献

- (1) 《中华人民共和国药典》(二部), 附录, 10, 化学工业出版社、人民卫生出版社, 1985.
- (2) 南京药学院, 《药物分析》, 人民卫生出版社, 北京, P.2 9, 1980.
- (3) B. K. Larsson, J. Assoc. off. Anal. Chem., 66(3), 775(1983).
- (4) 陈贻文等, 色谱, 5(4), 238(1987).
- (5) 《中华人民共和国药典》(二部), 化学工业出版社、人民卫生出版社, P.22, 1985.

(收稿日期: 1989年5月29日)

GC Determination of Benzoic Acid and Sodium Benzoate in Syrup by Derivatization Yang Changjin, Bai Yamin and Zhang Yi Medical Test Institute, Gansu, Lanzhou 730000

The benzoic acid and Sodium benzoate in Syrup were first esterified with methyl alcohol and then determined on a 5%PEG-2 M column with octadecane as internal Standard. The peak was Symmetrical and the recovery was 98.5%. It has Shown experimentally that this method was used with high speed, sensitivity and accuracy.

和2-丁醇为分析纯。

(二) **色谱条件** 检测器FID, 色谱柱PEG-20M石英毛细管柱(25m×0.2mm), 柱温60~70℃以2℃/min程序升温, 汽化室和检测器温度120℃, 载气为高纯氮流量60ml/min, 氢气流量55ml/min, 空气流量550ml/min

实验结果

(一) **定性分析** 对样品中各组分用纯品对照分别求出相对保留时间和加入已知纯品增加峰高法定性, 并经GC-MS 联用计测定了样品中各组分的分子量及分子式, 鉴定完全相符, 结果如表1。样

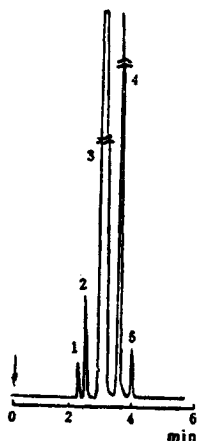


图1 样品分离图
(峰号对应物见表1)

品分离图如图1。

(二) 定量分析 因样品中各组份能全部流出色谱柱, 选用面积归一法计算。1. 精密度考察: 对瑞士正丙醇进行了四次平行测定, 所得结果见表

表3 正丙醇定量分析结果

来源	含量%	方法					馏程法
		色 谱 法					
		乙 醇	异 丙 醇	正 丙 醇	2-丁 醇	异 丁 醇	
美国7-942(7/6)	—	—	—	99.8369	0.1631	—	>95%
西德(88277)	0.378	1.643	—	87.2212	10.2685	0.5283	>95%
瑞士	0.23	0.5912	—	84.9513	12.1172	2.11(3)	>95%
北京化工厂(CP)	—	—	—	99.9564	0.122	0.314	>95%
西德(88125)	—	—	—	99.9885	0.117	—	>95%

分析结果表明, 正丙醇中主要杂质是2-丁醇, 其沸点与正丙醇很接近(3), 用馏程法不能将2-丁醇分开, 而用GC法 PEG-20M 毛细管柱, 程序升温使难分离的丙醇中杂质获得了满意的分离, 且方法准确可靠, 具有操作简便, 分析周期短的优点。

致谢 对北京理化测试中心曹红同志在质谱鉴定所给予帮助, 谨致谢意。

参 考 文 献

- (1) 全国化学试剂产品目录汇编组, 《全国化学试剂产品目录》, 化学工业出版社, 北京, P.749, 1979.
- (2) F. Bruner, P. Ciccioli and E. Branleoni et al., Chromatographia, 8, 55(1975).

表1 正丙醇中各组分定性结果

峰号	组分名称	纯样的相对保留值	工业正丙醇各组分相对保留值	分子量	分子式	定性方法	
1	乙醇	0.82	0.82	46	C ₂ H ₆ O	MS(质谱)	PS(纯品)
2	异丙醇	0.87	0.87	60	C ₃ H ₈ O	MS	PS
3	正丙醇	1.0	1.0	60	C ₃ H ₈ O	MS	PS
4	2-丁醇	1.1	1.11	74	C ₄ H ₁₀ O	MS	PS
5	异丁醇	1.22	1.22	74	C ₄ H ₁₀ O	MS	PS

表2 方法的精密度

项目	结果	组分				
		乙 醇	异 丙 醇	正 丙 醇	2-丁 醇	异 丁 醇
含量%	0.230	0.5912	84.9513	12.1172	2.11(3)	
标准偏差	0.10	0.006	0.197	0.15	0.0010	
变异系数%	0.43	0.10	0.2	0.1	0.5	

2. 测定结果表明方法精密度较高, 标准偏差符合色谱分析要求。2. 样品分析结果: 对美国、西德、瑞士及化学试剂正丙醇分别进行了色谱法和馏程法测定, 结果见表3。

(3) 王斌, 《化工辞典》, 化学工业出版社, 北京, P.112, P.28, 1979.

(收稿日期: 1989年5月29日)

The Analysis of n-propanol by Capillary Gas Chromatography Liu Yanqiang, Yin wenle & Tang Dmli Human Xiangshong pharmaceutical Factory, Shaoyang

A GC method with Capillary column has been developed to replace the distillation method used for inspection of the quality of n-propanol. It has been found that the purity of n-propanol may be as low as 85% while it still can pass the inspection with distillation. it is because the major impurity is n-butanol which has a B.P. close to that of n-propanol.