

对中国药典“乙醇”中杂醇油等检查方法的讨论

金耀楚

(浙江省药品检验所, 杭州 310004)

《中国药典》(以下简称药典)1977年版颁布不久, 轻工业部开始修订酒精国家标准, 使国标中三级酒精指标符合药典要求。修改了原标准中某些只定性、不定量的项目, 制订了酒精国家标准, 编号 GB 394—81^[1](以下简称 GB 标准)。该标准自1981年12月实施以来, 收到了很好的效果。

药典1977年版至1990年版中“乙醇”的杂醇油、戊醇或不挥发的易炭化物检查方法均相同。由于这两个项目的要求甚低, 使药用乙醇的质量仍处于很低的水平。

1 杂醇油

中国药典^[2]中记载的方法为“取本品 10 ml, 加水 5 ml 与甘油 1 ml, 摇匀后, 分次滴加在无臭的滤纸上。使乙醇自然挥发, 始终不得发生异臭。”该方法用鼻嗅, 不能定量, 而人嗅觉的灵敏度直接影响该项检查的准确可靠性。而在 GB 标准中则采取如下定量方法: “取试样与所需杂醇油标准液各 0.5 ml, 分别注入 25 ml 比色管中, 加显色剂 10 ml (0.05% 对一二甲氨基苯甲醛硫酸溶液), 摇匀, 置沸水浴中 20 min 后, 取出, 用水冷却, 比色, 不得深于标准。”三级酒精的杂醇油含量不得大于 0.04%。该法简便可靠, 建议药典参考采用。

杭州某化工厂年产酒精一万吨以上。每批产品同时分别按药典及 GB 标准检验, 根据结果定级出厂。几年来, 曾有发生按药典检查杂醇油项全部符合规定, 而按 GB 标准检查则不符合规定的情况。当其他项目均符合规定时, 就出现了不符合规定的三级酒精

作化工原料不能用, 而却能符合药典的要求这种反常现象。

2 戊醇或不挥发的易炭化物

本项目检查实质是利用浓硫酸的强烈脱水作用, 检出乙醇中易被硫酸炭化的微量杂质。由于能被硫酸炭化的有机物种类较多, 所以它应是一个综合性的检查项目。

药典方法为“取本品 25 ml, 置蒸发皿中, 于水浴上蒸发至器皿表面微显湿润 (约剩 0.05 ml) 加 95% 硫酸数滴, 不得染成红色或棕色。”U. S. P. XX II^[3]采用方法基本一致, 不同之处是让其自然挥发。在水浴上蒸发, 高沸点杂质可能随着蒸发速度的不同而有不同程度的带走, 使得检查灵敏度低且重复性差。

而 GB 标准则采取下述的“硫酸试验”方法: 取 10 ml 试样于 70 ml 烧瓶内, 在不断振摇下, 均匀地加入 10 ml 硫酸 (共约 15 s), 充分混合, 立即将烧瓶置于保持沸腾的水浴中, 5 min 后取出, 静置自然冷却, 移入 25 ml 比色管中比色。标准色按 GB 605—88^[4]配制。一级酒精 ≤ 15 号、二级 ≤ 100 号、三级未作规定, 该法灵敏可靠, 药典方法却存在下列问题:

2.1 灵敏度低 酒精国标起草小组曾对全国 12 家酒精厂的样品进行了“戊醇或不挥发的易炭化物”与“硫酸试验”的对照分析。结果, 按药典作检查全部符合规定, 但按 GB 标准结果分别为 150、290、250、20、700、600、60、70、220、500、70、160 号。显然药典的方法没有起到应有的监控作用。

2.2 重复性差 在日常检验中,经常出现第一次检查不符合规定,再复检一次又符合规定了。在生产厂检查符合规定,到用户厂检查不符合规定的现象。给检验工作带来不可靠的因素。

杭州某化工厂曾对从1985年12月至1986年12月间出现的仅有4次不符合药典规定的样品按GB标准作硫酸试验,结果均在100号以内(分别为90、50、90、100号),符合GB标准二级酒精要求。因此,笔者认为有必要参照GB标准改进。标准色可按GB 605—88配制的200号为限度。

2.3 确定以200号为色标限度的实验记录

2.3.1 戊醇或不挥发的易炭化物项不符合规定乙醇的配制:取广西产糖蜜酒精(“硫酸

试验”结果为1000号)及杭州某厂产二级酒精(“硫酸试验”结果为30号)分别以1:1、1:2、1:3、1:4混合均匀。

2.3.2 将以上配制好的4份样品按药典作戊醇或不挥发的易炭化物检查。其中1:4的混合样结果略带棕色,即介于符合规定与不符合规定之间(其余3份均不符合规定)。

2.3.3 将1:4配制的样品按GB标准作“硫酸试验”得结果与200号标准色相近。

参 考 文 献

- 1 酒精. GB 394—81. 北京. 1981.
- 2 中华人民共和国卫生部长典委员会. 中华人民共和国药典. 北京: 人民卫生出版社, 1990.
- 3 U. S. P. XXII Rockville, MD. U. S. A Board of Trustee. 1990.
- 4 化学试剂基础标准. GB 605—88. 北京1988.

收稿日期: 1992—11—18