

气相色谱法测定吐温 80 中乙二醇、二甘醇、三甘醇

GC-176

摘要： 本文利用岛津公司的 Nexis GC-2030 气相色谱仪，建立了药用辅料吐温 80 中乙二醇、二甘醇、三甘醇的测定方法。该方法以 1,3- 丁二醇为内标，在 4~200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内线性关系良好，相关系数 R 均大于 0.999。10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标液连续进样 6 针，峰面积比 RSD% 均小于 3 %。500 与 1000 $\mu\text{g}/\text{g}$ 两个浓度加标回收率在 98.9~112.4 % 之间。该方法准确、可靠，可以应用于药用辅料吐温 80 中乙二醇、二甘醇、三甘醇的检测。

关键词： 气相色谱仪 吐温 80 乙二醇 二甘醇 三甘醇

吐温 80 是一种非离子型表面活性剂，作为一种药用辅料，该物质常作为药物制剂中的乳化剂、增溶剂、稳定剂。曾有研究表明一些药物的不良反应与其中的辅料吐温 80 的质量有关，因此有必要严格控制作为药用辅料的吐温 80 的质量。

吐温 80 常用的合成工艺中均需要用到一种名为环氧乙烷的化合物，该化合物可能会产生一些副产物，这其中就包括乙二醇、二甘醇与三甘醇。根据相关资料，

这三种物质均具有一定的毒性，会对人体健康造成损害。按照《中国药典》2020 版四部的规定，药用辅料吐温 80 中这三种物质均不得超过 0.01%。

本文使用岛津 Nexis GC-2030 建立了吐温 80 中乙二醇、二甘醇、三甘醇的检测方法。该方法具有良好的线性、重复性和回收率，适用于药用辅料吐温 80 中这三种物质残留量的测定。

■ 实验部分

1.1 仪器

Nexis GC-2030 气相色谱仪

1.2 分析条件

色谱柱 :SH-Stabilwax (30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm)

柱温程序：80 $^{\circ}\text{C}$ (1 min) $_30^{\circ}\text{C}/\text{min}_150^{\circ}\text{C}_5^{\circ}\text{C}/\text{min}_210^{\circ}\text{C}_30^{\circ}\text{C}/\text{min}_250^{\circ}\text{C}$ (30 min)

进样口温度：260 $^{\circ}\text{C}$

流速控制方式：恒线速度方式

线速度：37.7 cm/s

进样方式：分流进样

分流比：10:1

FID 温度：300 $^{\circ}\text{C}$

■ 样品前处理

2.1 内标溶液配制

称取 1,3- 丁二醇适量，用无水乙醇溶解并稀释，制成每 1 mL 含 1 mg 1,3- 丁二醇的溶液。

2.2 对照品溶液配制

配制浓度分别为 4、10、20、40、60、100、140、200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的乙二醇、二甘醇、三甘醇混合标准溶液。取每个浓度的标液 1 mL 分别加入到 8 个进样小瓶中，每个进样小瓶中加入 40 μL 内标溶液，混匀，待测。

2.3 供试品溶液配制

准确称量吐温 80 样品 4 g，加入无水乙醇溶解并稀释，制成每 1 mL 含 40 mg 吐温 80 的溶液，取此溶液 1 mL 至进样小瓶，再加入 40 μL 内标溶液，混匀，待测。

■ 结果与讨论

3.1 乙二醇、二甘醇、三甘醇混合标准溶液谱图

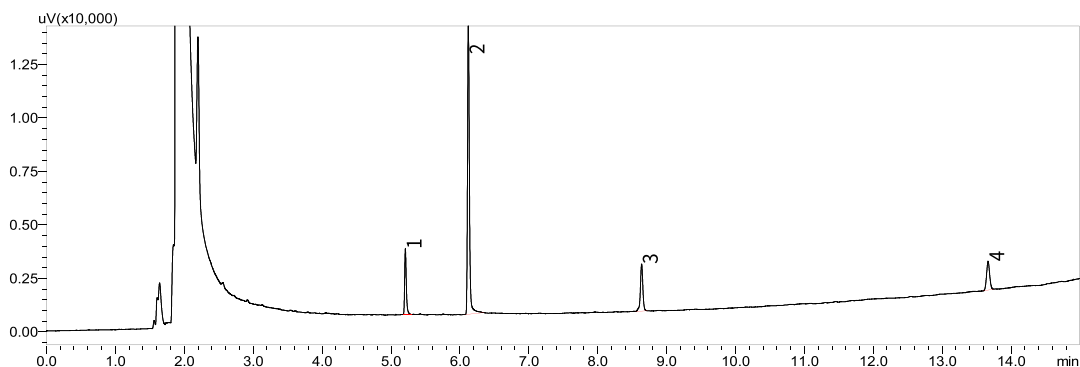


图 1 乙二醇、二甘醇、三甘醇及 1,3- 丁二醇 (内标) 谱图 (10 $\mu\text{g/mL}$)

表 1 化合物信息

No.	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	乙二醇	ethylene glycol	107-21-1	5.202
2	1,3- 丁二醇 (IS)	1,3-Butandiol	107-88-0	6.113
3	二甘醇	Diethylene glycol	111-46-6	8.625
4	三甘醇	Triethylen glycol	112-27-6	13.648

3.2 标准曲线和检出限

对各浓度对照品溶液进行检测, 以浓度比为横坐标, 峰面积比为纵坐标做标准曲线, 标准曲线如图 2 所示, 以 3 倍信噪比计算 3 种化合物检出限, 各化合物检出限以及线性相关系数如表 2 所示。

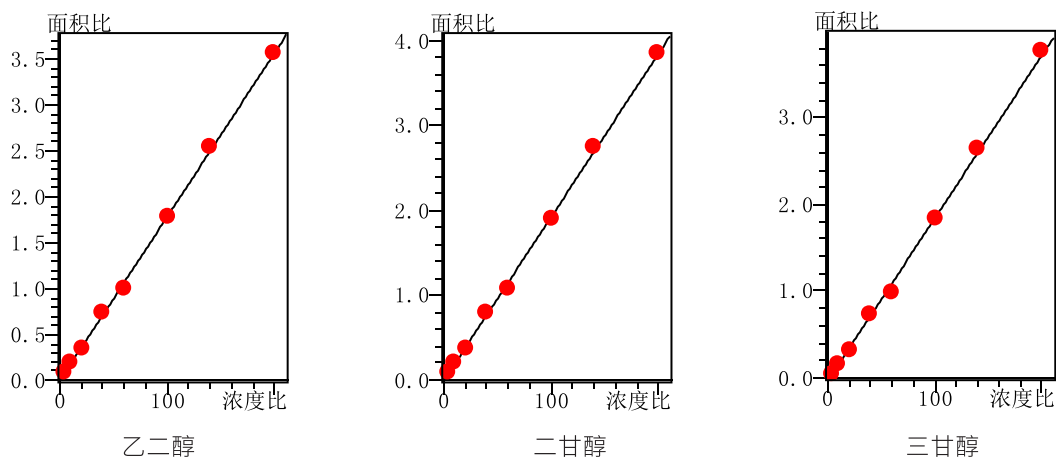


图 2 三种化合物标准曲线

表 2 各组分相关系数及检出限

No.	组分名称	相关系数 (R)	检出限 ($\mu\text{g/mL}$)
1	乙二醇	0.9995	0.25
2	二甘醇	0.9996	0.27
3	三甘醇	0.9992	0.89

3.3 重复性实验

取 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准品溶液，连续进样 6 次，考察仪器的重复性，测定结果见表 3。

表 3 3 种化合物重复性结果

No.	化合物名	峰面积比 1	峰面积比 2	峰面积比 3	峰面积比 4	峰面积比 5	峰面积比 6	RSD%
1	乙二醇	0.1871	0.1910	0.1935	0.1934	0.1939	0.1999	2.17
2	二甘醇	0.1941	0.2003	0.1988	0.1996	0.2078	0.2014	2.21
3	三甘醇	0.1743	0.1800	0.1758	0.1764	0.1730	0.1648	2.94

3.4 加标回收率

检测吐温 80，样品谱图如图 3 所示，三种化合物均有检出。将此样品进行加标实验，加标浓度分别为 500 与 1000 $\mu\text{g}/\text{g}$ ，回收率结果如表 4 所示。

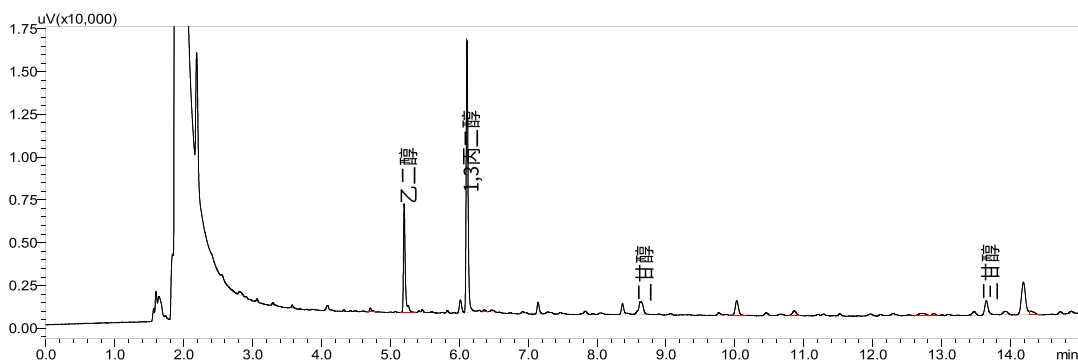


图 3 吐温样品检测谱图

表 4 样品加标实验结果 ($\mu\text{g}/\text{g}$)

No.	名称	样品本底值 ($\mu\text{g}/\text{g}$)	加标 (50 $\mu\text{g}/\text{g}$)		加标 (100 $\mu\text{g}/\text{g}$)	
			测试值 ($\mu\text{g}/\text{g}$)	回收率 %	测试值 ($\mu\text{g}/\text{g}$)	回收率 %
1	乙二醇	54.77	109.15	108.8	167.16	112.4
2	二甘醇	14.59	64.06	98.9	115.57	101.0
3	三甘醇	16.77	66.78	100.0	121.43	104.7

■ 结论

本文利用岛津公司的 Nexis GC-2030 气相色谱仪，建立了药用辅料吐温 80 中乙二醇、二甘醇、三甘醇的测定方法。该方法以 1,3- 丁二醇为内标，在 4~200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内线性关系良好，相关系数 R 均大于 0.999。10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标液连续进样 6 针，峰面积比 RSD% 均小于 3%。500 与 1000 $\mu\text{g}/\text{g}$ 两个浓度加标回收率在 98.9~112.4% 之间。该方法具有良好的线性、重复性和回收率，适用于药用辅料吐温 80 中乙二醇、二甘醇、三甘醇的检测。

岛津应用云

