

气相色谱法测定丙三醇中乙二醇和二甘醇残留量

GC-282

摘要： 本文利用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030，建立了丙三醇中乙二醇、二甘醇残留量的检测方法。在 5.0 ~ 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内，乙二醇、二甘醇相关系数 R 均大于 0.999，线性关系良好。取浓度为 5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 对照品溶液连续进样 6 针，两组分峰面积 RSD 均小于 2.86%。方法耐用性样品 RSD 不大于 3.93%。加标实验中，添加量为 100 和 1000 $\mu\text{g}/\text{g}$ 两个浓度，回收率在 86.09-99.15% 之间。该方法操作简单，结果准确，可用于丙三醇中乙二醇、二甘醇残留量测定。

关键词： 气相色谱仪 丙三醇 乙二醇 二甘醇

技术特点：

- ❖ 无水乙醇溶解直接进样，操作简单。
- ❖ 使用内标法同时测定乙二醇、二甘醇，定量准确、可靠。

丙三醇（甘油），化学式为 $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$ ，是一种简单的多元醇类化合物。具有抗菌和抗病毒特性，广泛用于 FDA 批准的伤口和烧伤治疗。丙三醇，作为药用辅料可能在制剂中大量使用，因此其杂质成分会影响成品制剂的质量。

制剂生产商常依赖辅料生产商提供质量标准证明，因此需要建立质量管理体系用于评估和控制药用辅料生产质量。对此，美国 FDA 发布行业指南“丙三醇、麦芽糖醇溶液、氢化淀粉水解物、山梨醇溶液

和其它高风险药物成分中二甘醇和乙二醇的检测”，旨在提醒制药商、药房、包装商和供应商注意二甘醇（DEG）、乙二醇（EG）污染成分对公众健康的潜在危害。

本文采用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030，建立了丙三醇中乙二醇、二甘醇残留量检测方法。该方法操作简单，具有良好的线性、重复性和回收率，为预防丙三醇中乙二醇和二甘醇类化学污染提供了依据。

实验部分

1.1 仪器

岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030

1.2 分析条件

色 谱 柱：	SH-Stabilwax, 30 m×0.25 mm×0.25 μm	检 测 器：	FID
柱 温 程 序：	80°C (1 min)_30°C /min _150°C (1 min)_5°C /min _210°C _30°C /min _230°C (5 min)	检测器温度：	250°C
进 样 口 温 度：	250°C	氢 气 流 量：	32 mL/min
载 气 控 制 方 式：	色谱柱流量	空 气 流 量：	200 mL/min
色 谱 柱 流 量：	1.75 mL/min	尾 吹 气 流 量：	24 mL/min
进 样 方 式：	分流进样		
分 流 比：	10:1		
进 样 量：	1 μL		

■ 样品前处理

2.1 内标溶液配置

称取 1,4- 丁二醇适量，用无水乙醇溶解并稀释，制成 1 mg/mL 1,4- 丁二醇的溶液。

2.2 对照品溶液配置

配置浓度分别为 5、10、25、50、100、200 $\mu\text{g/mL}$ 的乙二醇、二甘醇混合标液，添加内标量 50 $\mu\text{g/mL}$ 。

2.3 供试品溶液配置

准确称量丙三醇样品 4 g，无水乙醇稀释制成每 mL 含 40 mg 样品溶液，取适量进小瓶，添加内标量 50 $\mu\text{g/mL}$ ，混匀待测。

■ 结果与讨论

3.1 标准溶液色谱图

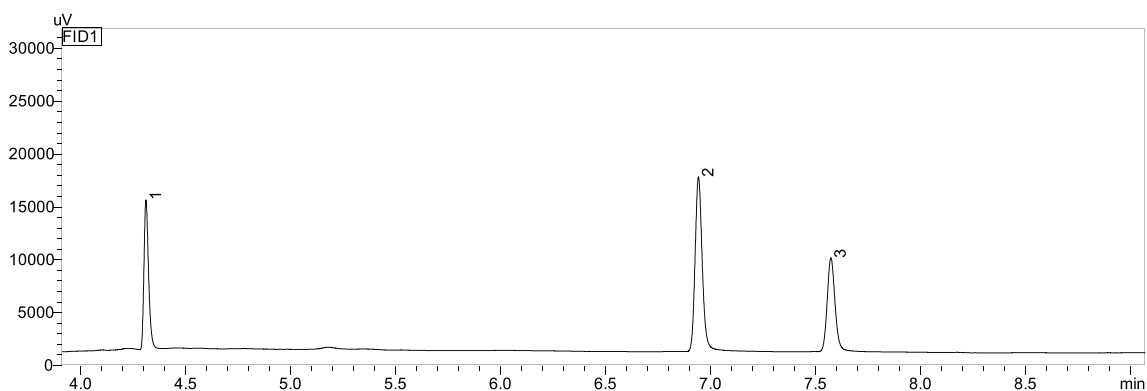


图 1 对照品溶液色谱图 (50 $\mu\text{g/mL}$)

表 1 化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	乙二醇	Ethylene glycol	107-21-1	4.268
2	1,4- 丁二醇 (IS)	1,4-Butanediol	110-63-4	6.993
3	二甘醇	Diethylene glycol	111-46-6	7.570

3.2 标准曲线及检出限

测定各浓度对照品溶液，以浓度比为横坐标，峰面积比为纵坐标绘制标准曲线见图 2。

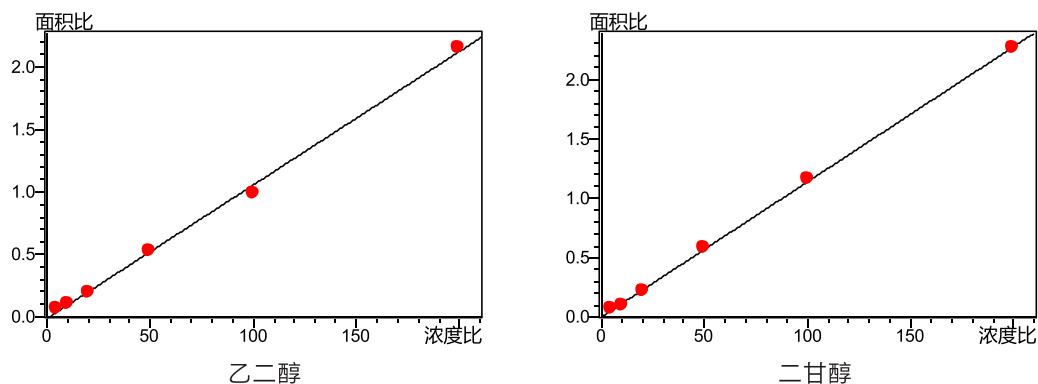


图 2 化合物标准曲线

取浓度为 5.0 µg/mL 标准混合溶液，进样分析，以 3 倍信噪比计算乙二醇、二甘醇的仪器检出限，乙二醇、二甘醇线性相关系数及检出限如表 2 所示。

表 2 化合物标准曲线相关系数及检出限

No.	化合物名称	相关系数 R	检出限 (µg/mL)
1	乙二醇	0.9991	0.151
2	二甘醇	0.9998	0.241

3.3 重复性测试

取浓度为 5.0 µg/mL 标准混合溶液，连续进样 6 针，考察重复性，测定结果见表 3。

表 3 峰面积重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	浓度 5.0 µg/mL						RSD (%)
		峰面积 1	峰面积 2	峰面积 3	峰面积 4	峰面积 5	峰面积 6	
1	乙二醇	2396	2349	2396	2226	2348	2283	2.86
2	二甘醇	1729	1792	1747	1674	1752	1676	2.67

3.4 耐用性测试

取浓度为 5.0 µg/mL 标准混合溶液，在拟定色谱柱条件下微小改变流速，色谱柱初始温度等相关参数，考察方法耐用性，测定结果见表 4。结果表明，初始温度变化范围 60~100°C，RSD 不大于 3.93%。色谱柱流速变化范围 1.25-2.25 mL/min，RSD 不大于 3.44%，方法耐用性良好。

表 4 方法耐用性峰面积重复性结果 (n=6)

色谱条件	化合物名称	峰面积 1	峰面积 2	峰面积 3	峰面积 4	峰面积 5	峰面积 6	RSD (%)
60°C	乙二醇	2279	2286	2188	2242	2162	2146	2.72
	二甘醇	1,991	1,991	2,032	2,076	2,132	2,123	3.05
100°C	乙二醇	4869	4656	4905	4705	5071	4648	3.49
	二甘醇	2925	2688	2639	2717	2641	2766	3.93
1.25 mL/min	乙二醇	1780	1852	1798	1816	1748	1753	2.21
	二甘醇	1867	1965	1893	1871	1795	1759	3.93
2.25 mL/min	乙二醇	3561	3485	3509	3585	3281	3635	3.53
	二甘醇	1991	2150	2000	2036	2026	2143	3.44

3.5 样品结果及加标回收率测试

检测某品牌丙三醇样品，该样品色谱图见图 3，样品中未检出乙二醇和二甘醇。以该样品作为空白样品，分别进行 100 µg/g 和 1000 µg/g 两个浓度水平加标，考察方法回收率，回收率结果见表 5。

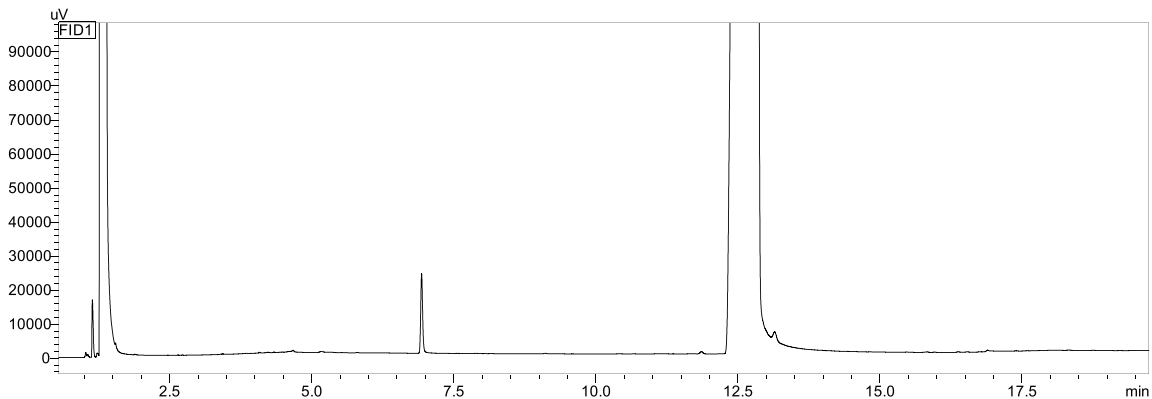


图3 某品牌样品色谱图

表5 样品加标回收率测定结果

No.	化合物名称	浓度 1000 $\mu\text{g/g}$		浓度 100 $\mu\text{g/g}$	
		平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	乙二醇	90.03	0.84	86.09	2.55
2	二甘醇	96.82	2.81	99.15	4.60

■ 结论

本文采用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030，建立了丙三醇中乙二醇、二甘醇残留量检测方法。在 5.0 ~ 200 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内，两组分相关系数 R 均大于 0.999，线性关系良好。对照品溶液连续进样 6 针，组分峰面积 RSD 均小于 2.86%。方法耐用性样品 RSD 不大于 3.93%。加标实验中，添加量为 100 $\mu\text{g/g}$ 和 1000 $\mu\text{g/g}$ 两个浓度，回收率在 86.09-99.15% 之间。该方法操作简单，方法耐用性良好，可以有效检测丙三醇中乙二醇和二甘醇类化学污染物含量。

岛津应用云

