

气相色谱法测定麦芽糖醇中乙二醇和二甘醇的含量

GC-287

摘要： 本文利用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪，建立了麦芽糖醇中乙二醇和二甘醇含量的检测方法。本方法采用外标法定量，在 5.0-200 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内，乙二醇和二甘醇线性相关系数 R 均大于 0.999，线性关系良好。取浓度为 5.0 $\mu\text{g/mL}$ 对照品溶液连续进样 6 针，乙二醇峰面积 RSD% 为 2.59、二甘醇峰面积 RSD% 为 2.56。加标实验中，低、中、高三个加标浓度为 15、50 和 100 $\mu\text{g/g}$ ，乙二醇回收率在 82.0%~96.7% 之间、二甘醇回收率在 93.7%~103.8% 之间。该方法操作简单，结果准确，分析时间短，可用于麦芽糖醇中乙二醇和二甘醇含量检测。

关键词： 气相色谱法 麦芽糖醇 乙二醇 二甘醇

技术特点：

- ❖ 样品前处理简单，N,N-二甲基甲酰胺溶解后，直接进样。
- ❖ 方法耐用性良好。

麦芽糖醇，化学式为 $\text{C}_{12}\text{H}_{24}\text{O}_{11}$ ，是由 1 分子葡萄糖通过 α -1, 4- 键连接一个山梨醇所组成的二糖，被用于各类药品配料中。其杂质成分会影响药品的质量。

因此需要建立质量管理体系用于评估和控制生产质量，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。因此建立一套行之有效的快速检测麦芽糖醇中乙二醇、二甘醇含量的分析方法就显得尤为重要。

本文利用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030，建立了麦芽糖醇中乙二醇、二甘醇含量的检测方法。该方法具有操作简单，分析时间短等特点，可用于麦芽糖醇中乙二醇、二甘醇含量检测。

实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪 Nexis GC-2030

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：	50 $^{\circ}\text{C}$ (0 min)_25 $^{\circ}\text{C}$ /min_150 $^{\circ}\text{C}$ (2 min)_15 $^{\circ}\text{C}$ /min_250 $^{\circ}\text{C}$ (1 min)		
进样口温度：	220 $^{\circ}\text{C}$	检测器：	FID
载气控制方式：	恒线速度, 35 cm/s	检测器温度：	250 $^{\circ}\text{C}$
载气：	氮气	氢气流量：	32 mL/min
进样方式：	分流进样	空气流量：	200 mL/min
分流比：	10:1	尾吹气流量：	24 mL/min

1.3 样品前处理

准确称取麦芽糖醇样品 0.5 g，N,N-二甲基甲酰胺溶解，定容至 50 mL，待测。

■ 结果与讨论

2.1 标准溶液色谱图

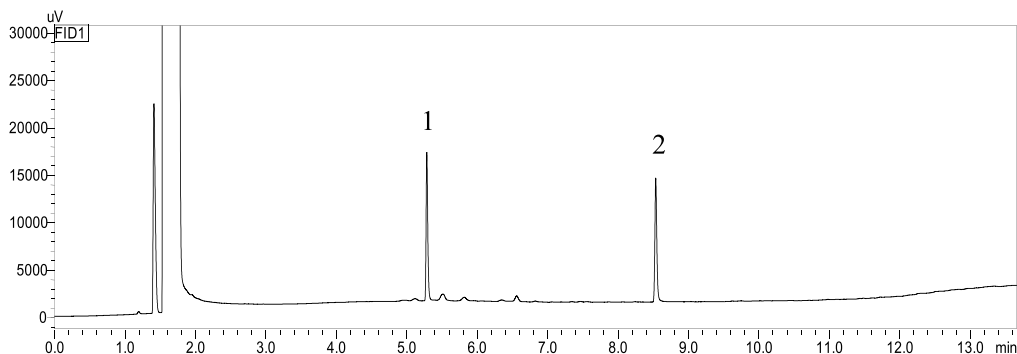


图 1 对照品溶液色谱图 (50 µg/mL)

表 1 乙二醇和二甘醇化合物信息

序号	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	理论塔板数
1	乙二醇	Ethylene glycol	107-21-1	5.290	246879
2	二甘醇	Diethylene glycol	111-46-6	8.540	481111

2.2 标准曲线及检出限

配制浓度分别为 5、10、20、50、100、200 µg/mL 的乙二醇、二甘醇混合标准标液，并取 1 µL 进样分析。以峰面积为纵坐标，浓度为横坐标绘制标准曲线，乙二醇和二甘醇标准曲线如图 2 所示，以 3 倍信噪比 (ASTM) 计算乙二醇、二甘醇的仪器检出限，两组分标准曲线线性范围、相关系数及检出限如表 2 所示。

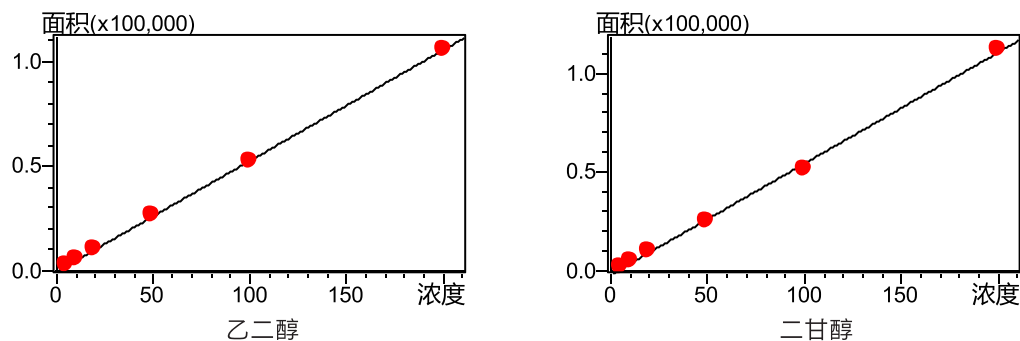


图 2 乙二醇和二甘醇标准曲线

表 2 乙二醇和二甘醇浓度范围、线性相关系数、检出限

序号	化合物	浓度范围 (µg/mL)	线性相关系数 R	检出限 (µg/mL)
1	乙二醇	5.0-200	0.9999	0.44
2	二甘醇	5.0-200	0.9993	0.48

2.3 样品重复性测试

取浓度为 5.0 µg/mL 标准混合溶液，连续进样 6 针，考察目标物重复性，结果表明乙二醇峰面积 RSD% 为 2.59、二甘醇峰面积 RSD% 为 2.57，重复性良好，结果见表 3。

表3 乙二醇和二甘醇峰面积重复性结果 (n=6)

序号	化合物	浓度 5.0 $\mu\text{g/mL}$						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	2948	2894	2930	3076	3042	2896	2.59
2	二甘醇	2534	2666	2586	2665	2502	2591	2.57

2.4 耐用性测试

取浓度为 5.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准混合溶液, 在拟定色谱柱条件下微小改变色谱柱初始温度, 线速度等相关参数, 其他初始条件不变, 考察方法耐用性, 测定结果见表 4。结果表明, 初始温度为 40 $^{\circ}\text{C}$ 时, 峰面积 RSD% 不大于 2.49, 初始温度为 60 $^{\circ}\text{C}$ 时, 峰面积 RSD% 不大于 2.64, 重复性良好。线速度为 30 cm/s 时, 峰面积 RSD% 不大于 2.19, 线速度为 40 cm/s 时, 峰面积 RSD% 不大于 0.97, 重复性良好, 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	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 (%)
40 $^{\circ}\text{C}$	乙二醇	3118	3135	3148	3059	3207	2984	2.49
	二甘醇	3344	3296	3299	3195	3312	3196	1.92
60 $^{\circ}\text{C}$	乙二醇	2952	2946	2929	2838	2821	2873	1.96
	二甘醇	3177	3176	3238	3068	3011	3159	2.64
30 cm/s	乙二醇	2399	2355	2455	2405	2436	2373	1.55
	二甘醇	2484	2360	2441	2399	2456	2354	2.19
40 cm/s	乙二醇	2360	2347	2313	2328	2351	2315	0.84
	二甘醇	2625	2652	2653	2680	2690	2631	0.97

2.5 样品结果及加标回收实验

检测某品牌麦芽糖醇样品, 该样品色谱图如图 3 所示, 样品中未检测出乙二醇和二甘醇。以该样品作为空白样品, 进行加标回收实验, 加标浓度为 15、50 和 100 $\mu\text{g/g}$, 回收率结果见表 5。

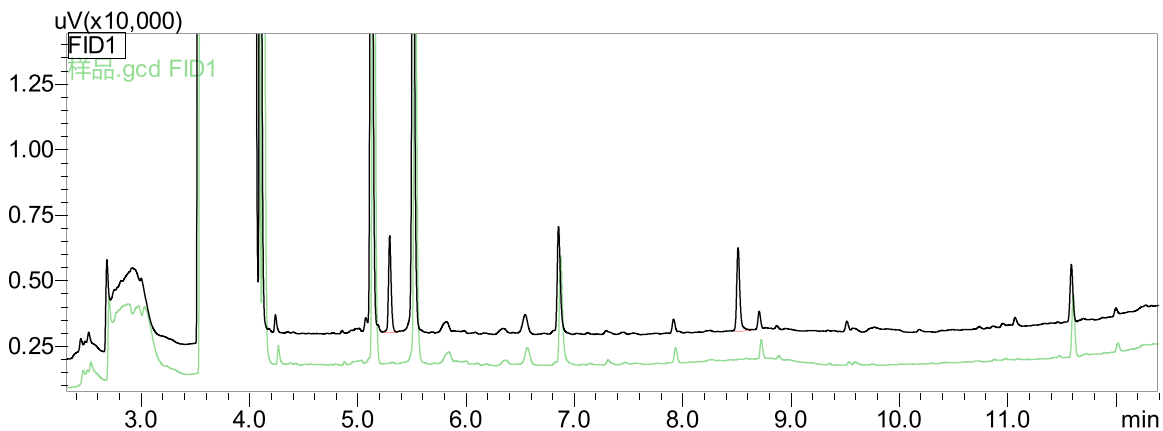


图3 麦芽糖醇样品色谱图

表 5 样品加标回收率测定结果

序号	化合物	加标量 15 $\mu\text{g/g}$		加标量 50 $\mu\text{g/g}$		加标量 100 $\mu\text{g/g}$	
		平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	乙二醇	84.67	3.70	94.78	0.59	96.49	0.22
2	二甘醇	99.40	5.21	100.1	2.31	96.63	0.13

■ 结论

本文利用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030，建立了麦芽糖醇中乙二醇、二甘醇含量的检测方法。采用外标法定量，在 5.0-200 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内乙二醇、二甘醇线性相关系数 R 均大于 0.999，线性关系良好。对 5.0 $\mu\text{g/mL}$ 样品溶液连续进样 6 针，乙二醇峰面积 RSD% 为 2.59、二甘醇峰面积 RSD% 为 2.56。在低、中、高三个浓度加标水平下，乙二醇回收率在 82.0%~96.7% 之间，二甘醇回收率在 93.7%~103.8% 之间。实验结果表明，该方法操作简单，结果准确，分析时间短，可用于麦芽糖醇中乙二醇和二甘醇含量检测。

岛津应用云

