

## 对用户的好处

- ◆ 该方法可定量分析手消毒剂中的杂质和酒精（乙醇或异丙醇）含量。
- ◆ 在指定分析条件下，可以测定从低浓度到高浓度的宽浓度范围内指定杂质。
- ◆ 通过 FASST 分析（Scan 和 SIM 的高速切换功能），可以鉴定手消毒剂中指定杂质以外的其他化合物。

## 前言

由于疫情原因，最近手消毒剂的需求增加。为了评估这些手消毒剂的质量，美国食品和药物管理局（FDA）宣布了一种使用 GC-MS 的分析方法（FDA 的手消毒剂分析法）。该方法可用于评估乙醇或异丙醇消毒剂，并可以筛查 FDA 的“手消毒剂指导原则”中规定的有害杂质。此外，可以在与杂质分析相同的分析条件下进行酒精浓度的定量。

本文参照 FDA 的手消毒剂分析方法，采用岛津 GCMS-QP2020 NX 对乙醇消毒剂中的杂质和酒精浓度进行定量分析。本文所述的分析条件可用于测定酒精类消毒剂中的杂质含量和酒精浓度。此外，所列出的杂质可以在较宽的浓度范围内检测到，满足系统适应性的要求。通过在扫描模式和 SIM 模式之间进行高速切换的 FASST 分析，也可以鉴别所列杂质以外的其它化合物。

## 手消毒剂中的 FDA 指定杂质

根据消毒剂中杂质的有害性，FDA 的手消毒剂指导原则中规定的杂质分为 Level 1 和 Level 2。手消毒剂中的杂质质量必须小于等于 FDA 指导原则的控制值。表 1 所示为 Level 1 以及 Level 2 的杂质和这些的控制值、以及可在本文所示分析条件下检测到的各测定目标组分的浓度范围。

表 1 FDA 指定杂质和可检测到的浓度范围

化合物名称		FDA 指南中列出的临时限制 (ppm)	本方法的浓度范围 (µg/mL)	
杂质	1 级	甲醇	NMT 630	
		苯	NMT 2	
		乙醛	NMT 50	
		1,1- 二氧基乙烷	NMT 50	
	2 级	丙酮	NMT 4400	
		1- 丙醇	NMT 1000	
		乙酸乙酯	NMT 2200	
		2- 丁醇	NMT 6200	
		异丁醇	NMT 21700	
		1- 丁醇	NMT 1000	
		3- 甲基 -1- 丁醇	NMT 4100	
		戊醇	NMT 4100	
		乙醇	乙醇	—
				—

## 测定条件

装置配置如表 2 所示，分析条件如表 3 所示，SIM 的选择离子如表 4 所示。

表 2 装置配置

模型	: GCMS-QP2020 NX
自动进样器	: AOC-20i Plus
自动采样器	: AOC-20s Plus
色谱柱	: SH-Rtx™-624 (30 m×0.25 mm 内径, d.f.=1.4 µm)

表 3 分析条件

GC	
进样温度	: 250 °C
进样模式	: 分流
分流比	: 50
载气	: He
载气控制	: 恒定柱流速 (1 mL/min)
柱温	: 40 °C (5 mins) -30 °C/min-240 °C (4mins) * 共 15.67 分钟
进样量	: 1.0 µL

MS	
离子源温度	: 230 °C
接口温度	: 240 °C
电离方法	: EI
测试模式	: 扫描/SIM (FAAST 模式)
扫描范围	: m/z 29 ~ 300
SIM 离子	: 表 4
事件时间	: 扫描 0.2 秒, SIM 0.3 秒

\* 对于本柱温箱升温条件需要使用大功率柱温箱机型。

表 4 MS 表

时间 (分钟)	化合物名称	目标	鉴别 1	鉴别 2
1.5 - 2.56	乙醛	44.0	29.0	—
	甲醇	31.0	29.0	—
2.56 - 4.00	乙醇	31.0	45.0	—
	丙酮	43.0	58.0	—
	异丙醇	45.0	59.0	—
5.00 - 6.65	1- 丙醇	31.0	42.0	59.0
	乙酸乙酯	43.0	61.0	—
	2- 丁醇	45.0	59.0	—
6.65 - 7.20	异丁醇	43.0	42.0	—
	苯	78.0	77.0	—
7.20 - 10.00	1- 丁醇	56.0	41.0	31.0
	1,1- 二氧基乙烷 (乙缩醛)	45.0	73.0	103.0
	3- 甲基 -1- 丁醇	55.0	42.0	70.0
	戊醇	42.0	55.0	41.0

\* 将检测器电压设置为调整后的相对值。

## 测定样品的制备

FDA 的手消毒剂分析法描述了加标回收试验、杂质试验和酒精的定量方法。

根据 FDA 的手消毒剂分析法制备了各测定样品。对于实际样品，准备了市售的液态消毒用乙醇（消毒剂①）、酿酒厂的消毒用乙醇（消毒剂②）和消毒用乙醇凝胶（消毒剂③）（各实际样品的乙醇浓度约为 80% (v/v)）。

## 加标回收试验

为了确认装置和测定样品的状态，规定了加标回收试验。根据 FDA 的手消毒剂分析法，准备了测定样品（加标回收标准溶液、3 种加标回收样品溶液），并按规定的测定次数和顺序进行了分析。

为了确认系统适用性进行了如下规定：加标回收标准溶液的峰面积% RSD (n=6) 在 10% 以内，加标回收率为 80 ~ 120 %。所有待测定化合物均满足上述规定。

作为加标回收试验的结果，表 5 所示为加标回收标准溶液的重现性结果和各实际样品的加标回收试验结果。

表 5 加标回收试验结果

化合物名称	面积值 % RSD (n=6)	加标回收率 [%]		
		加标回收标准溶液	消毒剂①	消毒剂②
乙醛	1.633	96.3	91.8	107.9
甲醇	1.889	107.8	99.1	103.1
乙醇	1.757	—	—	—
丙酮	1.737	107.2	102.9	103.8
异丙醇	1.755	109.7	104.8	105.7
1-丙醇	1.802	105.7	107.1	100.3
乙酸乙酯	2.035	107.3	101.9	100.8
2-丁醇	1.956	104.3	102.6	101.7
异丁醇	1.889	105.5	109.2	101.7
苯	8.014	106.0	90.2	104.7
1-丁醇	2.255	105.7	103.3	100.4
1,1-二氧基乙烷	1.700	110.9	104.4	103.7
3-甲基-1-丁醇	2.485	105.1	94.6	101.5
戊醇	2.203	103.9	104.8	100.6

\* 由于实际样品中乙醇的浓度很高，因此未计算加标回收率。

## 杂质的定量

对 FDA 手消毒剂指导方针中规定的杂质 (Level 1 以及 Level 2) 进行了定量。根据 FDA 的手消毒剂分析法，准备了测定样品 (标准溶液、实际样品溶液)，并按规定的测定次数和顺序进行了分析。

为了确认系统适用性，规定标准溶液中各杂质峰的面积% RSD (n=6) 必须小于等于 10%。所有待测定化合物均满足系统适用性。

表 6 总结了标准溶液的系统适用性结果和实际样品 3 点中的各杂质质量。标准溶液色谱图如图 1 所示，各化合物的 SIM 色谱图如图 2 所示。

表 6 杂质的定量

化合物名称	标准溶液		消毒液 100 mL 中的杂质量 (ppm)			FDA 控制值 NMT (ppm)
	浓度 (µg/mL)	面积值 % RSD (n=6)	消毒剂 ①	消毒剂 ②	消毒剂 ③	
乙醛	11.78	0.521	32.5	49.6	ND	50
甲醇	158.2	0.481	ND	31.4	ND	630
乙醇	394.5	0.488	—	—	—	—
丙酮	158	0.290	ND	ND	ND	4400
异丙醇	392.5	0.265	ND	ND	ND	—
1-丙醇	160.8	0.438	ND	827.8	ND	1000
乙酸乙酯	180.4	0.537	16.0	168.1	ND	2200
2-丁醇	161.6	0.549	ND	ND	ND	6200
异丁醇	160.6	0.610	ND	648.6	ND	21700
苯	0.44	1.045	ND	ND	ND	2
1-丁醇	162	0.432	ND	33.9	ND	1000
1,1-二氧基乙烷	12.45	0.850	40.6	135.8	ND	50
3-甲基-1-丁醇	161.8	0.472	ND	1580.8	ND	4100
戊醇	162.2	0.610	ND	ND	ND	4100

## 酒精的定量

可以在与加标回收试验和杂质试验相同的分析条件下进行酒精的定量。根据 FDA 的手消毒剂分析法，准备了测定样品 (标准溶液、实际样品)，并按规定的测定次数和顺序进行了分析。

表 7 所示为消毒剂中乙醇的定量结果。

\* 如果消毒剂中酒精 (乙醇或异丙醇) 的峰面积比标准溶液中酒精的峰面积大 5 倍以上，则需要进行稀释，使峰面积约达到标准溶液中酒精峰面积的 0.5 倍。在本文中，使用蒸馏水对实际样品稀释了 100 倍。

\* 进行系统适用性确认时，在杂质试验的同一天进行分析或者在另一天进行分析，结果是不同的。详细信息请参阅 FDA 的手消毒剂分析法。

表 7 酒精浓度的定量

乙醇的定量值 (%)		
消毒剂①	消毒剂②	消毒剂③
70.5	77.6	78.0

## 确认可检测到的浓度范围

FDA 的手消毒剂分析法描述了表 1 所示各成分的可分析浓度范围，需采用可以分析该浓度范围的分析条件。

准备并测定通过将标准原液稀释 2 倍、5 倍、10 倍、20 倍、50 倍和 100 倍而制备的六个样品，并确认了线性。根据标准曲线的线性证实，可以在较宽的浓度范围内进行测定。

各待测定化合物的标准曲线如图 3 所示。

\* 如果分析高浓度样品时信号饱和，或分析低浓度样品时灵敏度不足，则请将检测器电压调整约 ±0.1。

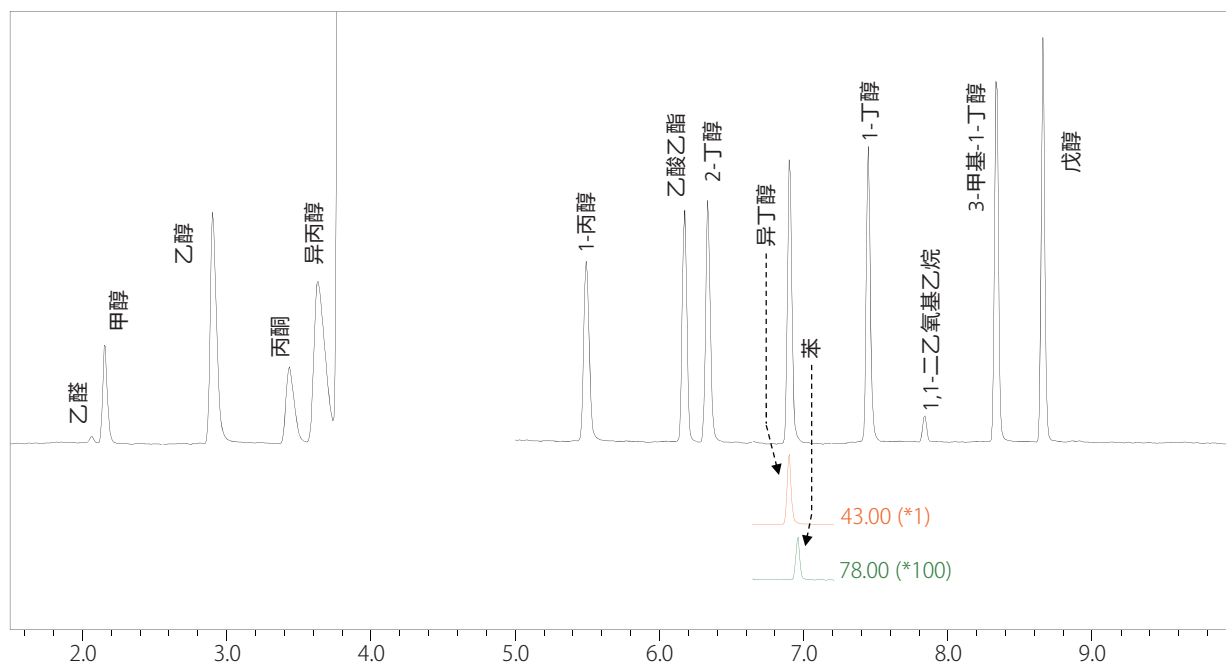


图1 标准溶液的 TIC 色谱图 (Isobutanol 和 Benzene: SIM 色谱图)

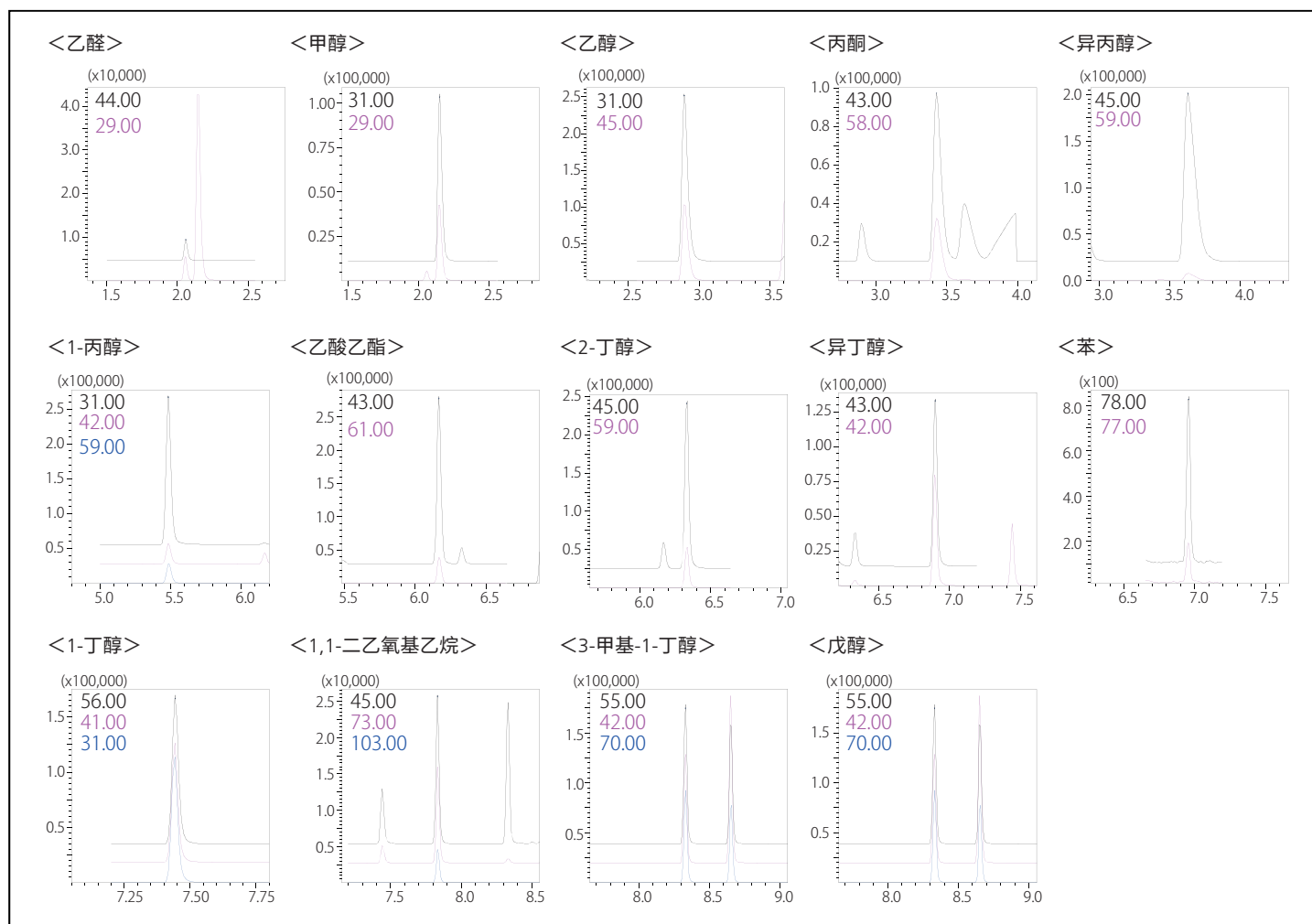


图2 标准溶液的 SIM 色谱图

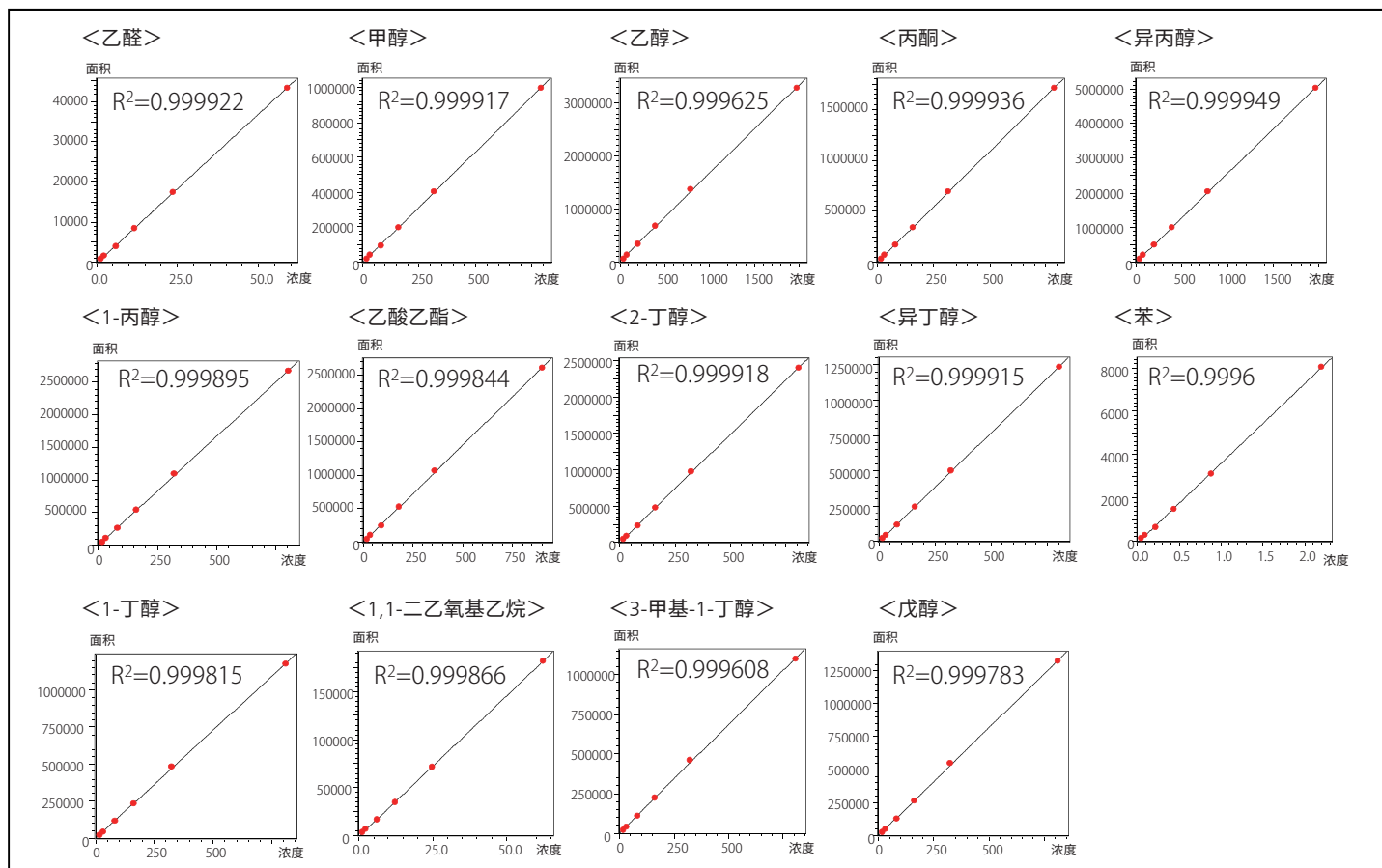


图3 各个化合物的标准曲线

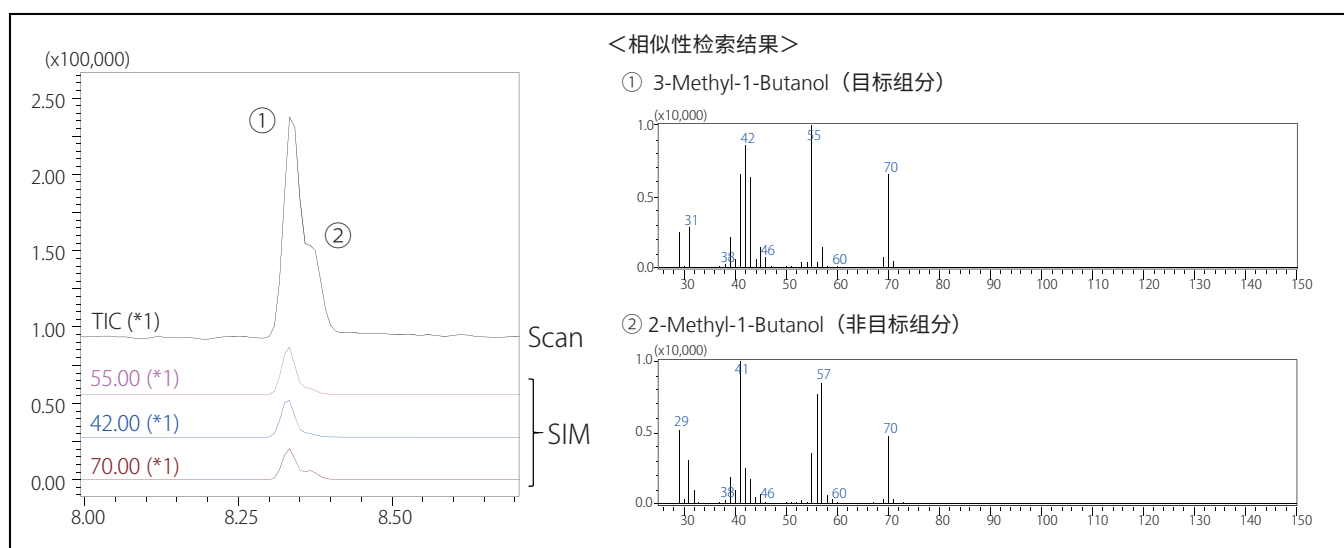


图4 利用 FASST 模式鉴定除指定杂质以外的洗脱组分

## ■ 利用 FASST 进行鉴定

通过 FASST 分析（在 Scan 和 SIM 之间高速切换的功能），可以鉴定除指定杂质以外的洗脱组分。在本次使用的实际样品中，在酿酒商的消毒液（消毒剂②）中检测到了指定杂质以外的峰。根据 Scan 数据，鉴定为 2-Methyl-1-Butanol。

图 4 所示为其结果。

GCMS-QP 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。  
Rtx 是 Restek Corporation 在美国及其他国家的商标或注册商标。

## ■ 总结

可以使用 GCMS-QP2020 NX 进行手消毒剂中杂质的定量以及酒精浓度的定量。此外，通过 FASST 分析，还可以鉴定除指定杂质以外的洗脱峰。

岛津应用云



岛津企业管理（中国）有限公司  
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话：800-810-0439  
400-650-0439

免责声明：

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；  
\* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。  
如有变动，恕不另行通知。