

凝胶渗透色谱法测定聚乙二醇 4000 分子量及其分布

LC-352

摘要：本文建立了岛津凝胶渗透色谱仪 (GPC) 对药用辅料聚乙二醇 4000 相对分子量及其分布的测定方法。采用聚乙二醇系列分子量对照品制作校准曲线，相关系数 R 值为 0.9999，线性良好；聚乙二醇对照品溶液平行测定 6 次，峰面积和保留时间 RSD 值均小于 0.5%，重复性良好；实际样品测试结果满足药典要求。

关键词：GPC 聚乙二醇 4000 分子量 分布

体积排阻色谱 (Size Exclusion Chromatography)，其原理是利用多孔凝胶对不同大小分子排阻效应的差异进行分离。以水溶液作流动相的体积排阻色谱法，称为凝胶过滤色谱 GFC (Gel Filtration Chromatography)；以有机溶剂作流动相的体积排阻色谱法，称为凝胶渗透色谱法 GPC (Gel Filtration

Chromatography)。其中，凝胶渗透色谱法多用于测定高聚物的相对分子量及分子量分布。

依据《中国药典》2020 年版中《聚乙二醇 4000》质量标准，需对聚乙二醇 4000 的分子量及分子量分布进行测定。本文采用岛津 GPC，建立测定聚乙二醇 4000 分子量及其分布的方法。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 Prominence GPC 系统，具体配置为：

系统控制器：CBM-20A

自动进样器：SIL-20ACXR

输液泵：LC-20ADXR

检测器：RID-20A

柱温箱：CTO-20AC

色谱工作站：LabSolutions 5.114

1.2 分析条件

色谱柱：Shodex SB-803HQ (300 mm×8.0 mm I.D., 6 μm)，

流动相：0.1 mol/L 硝酸钠溶液 (含 0.02% 抑菌剂)

流速：1 mL/min

柱温：35°C

分析时间：20 min

进样量：100 μL

洗脱方式：等度洗脱

■ 样品前处理

2.1 对照品溶液配制

分别称取聚乙二醇 600、聚乙二醇 1000、聚乙二醇 4000、聚乙二醇 7000、聚乙二醇 10000 分子量对照品适量，加流动相溶解并稀释制成每 1 mL 中约含 2 mg 的溶液作为对照品溶液。

2.2 供试品溶液配制

称取样品适量，加流动相溶解并稀释制成每 1 mL 中约含 2 mg 的溶液作为供试品溶液。

■ 结果与讨论

3.1 对照品色谱图

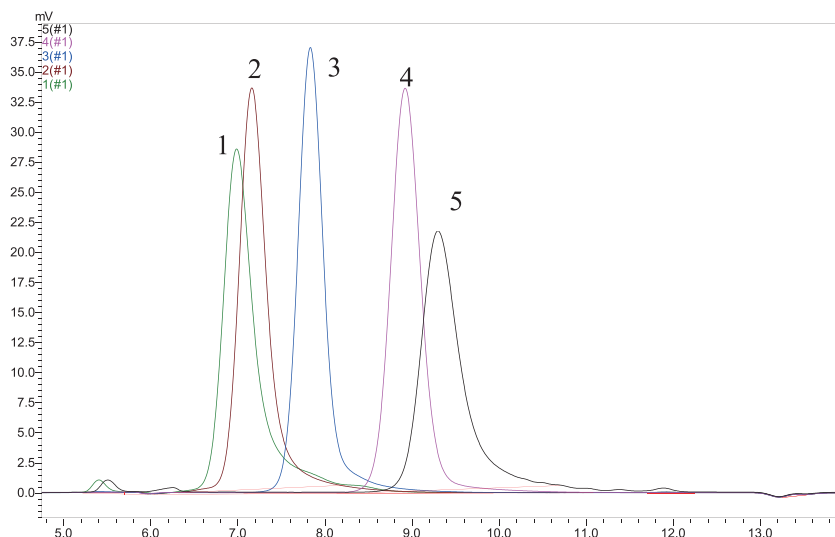


图 1 聚乙二醇对照品色谱图

表 1 聚乙二醇化合物信息

ID	化合物	英文名称	保留时间 (min)	Mp 分子量
1	聚乙二醇 10000	Polyethylene Glycol 10000	6.991	10110
2	聚乙二醇 7000	Polyethylene Glycol 7000	7.166	8531
3	聚乙二醇 4000	Polyethylene Glycol 4000	7.838	3732
4	聚乙二醇 1000	Polyethylene Glycol 1000	8.927	982
5	聚乙二醇 600	Polyethylene Glycol 600	9.304	603

3.2 校准曲线

聚乙二醇对照品校准曲线如图 2 所示，线性信息如表 2 所示，满足线性相关系数 R 应不得小于 0.99 的要求。

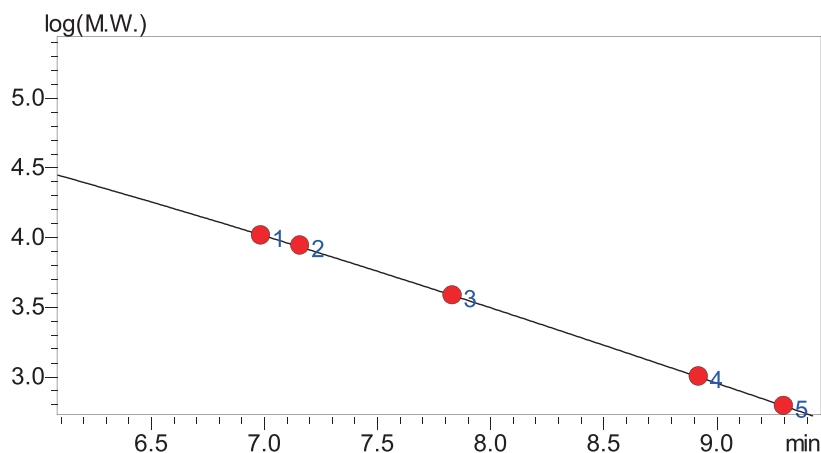


图 2 聚乙二醇标准曲线 (600-10000)

表 2 线性相关信息

化合物名称	分子量范围	线性方程	相关系数 R
聚乙二醇	600~10000	$Y=0.0023X^3-0.06740X^2+0.11206X+5.74574$	0.9999

3.3 重复性实验

对 2 mg/L 聚乙二醇 600 溶液进行 6 次平行测定，考察重复性，聚乙二醇 600 峰面积 RSD 值小于 0.2%，保留时间 RSD 值小于 0.04%，测定结果见表 3。

表 3 标准品聚乙二醇 600 重复性结果

ID	组分名称	峰面积 RSD(%)	保留时间 RSD(%)
1	聚乙二醇 600	0.109	0.039

3.4 实际样品检测

取 3 个重均分子量标示值为 4000，分布系数标示值 ≤ 1.08 的聚乙二醇样品，按照 1.2 进行处理，测定分子量及分布，色谱图见图 3，检测结果见表 4，可以看出检测结果满足药典规定供试品的重均分子量应为标示值的 90%-110%，分布系数应为产品标示值的 90%-110% 的要求。

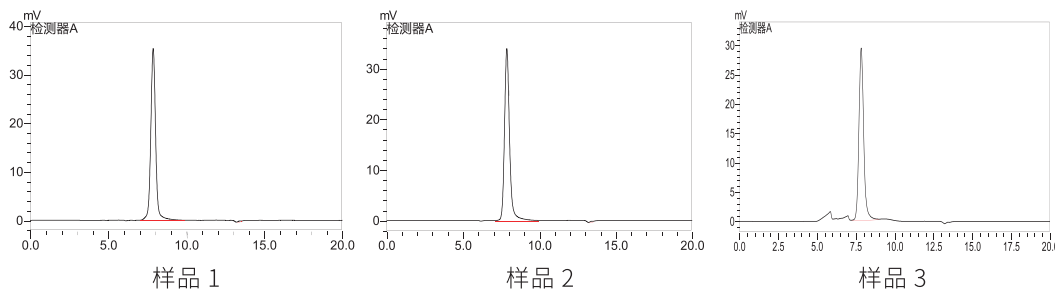


图 3 样品色谱图

表 4 样品重均分子量及分布系数检测结果

样品名	Mw	Mw/Mn
Sample1	3624	1.0597
Sample2	3602	1.0330
Sample3	3726	1.0418

■ 结论

本文采用岛津凝胶渗透色谱仪 GPC Prominence 建立了药用辅料聚乙二醇 4000 的相对分子量及其分布的测定方法。不同分子量的聚乙二醇系列对照品的线性关系良好；聚乙二醇对照品溶液平行测定 6 次，峰面积和保留时间 RSD 值均小于 0.5%，重复性良好；实际样品测试的重均分子量及分布系数均满足药典要求。

岛津应用云

