

GC-FTD 测定新型药用载体中乙烯基己内酰胺残留量

GC-311

摘要： 本文利用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪配 FTD 检测器，建立了新型药用载体中乙烯基己内酰胺残留量的检测方法。样品经称量、加内标、定容过滤后进样分析，采用内标法进行定量。乙烯基己内酰胺在 10-160 mg/kg 浓度范围内，其相关系数大于 0.999；重复性实验中，乙烯基己内酰胺面积比的相对标准偏差为 1.56%，重复性良好；在不同添加浓度下其乙烯基己内酰胺的加标回收率在 98.4~101.9% 之间，相对标准偏差均小于 1.70%，方法准确性良好。该方法操作简单，准确度高，可为乙烯基己内酰胺残留量的监控提供借鉴。

关键词： 气相色谱法 药用载体 乙烯基己内酰胺 残留

技术特点：

- ❖ 前处理简单、快速，可操作性强
- ❖ 方法灵敏度高、重复性好、结果准确可靠，可为乙烯基己内酰胺残留的监控提供借鉴。

聚乙烯己内酰胺 - 聚醋酸乙烯酯 - 聚乙二醇接枝共聚物 (Soluplus) 是德国巴斯夫公司 2009 年推出的新型药用载体，是专门为固体分散技术和热熔挤出技术设计的一款骨架聚合物。该聚合物具有两亲性，即能溶于水性溶剂，也能溶于有机溶剂。基于该双功能特征，一方面其可作为固溶液的骨架聚合物，另一方面可作为增溶剂以增加难溶性药物的溶解度及口服生物利用度。

有机中间体 N- 乙酰基己内酰胺是合成聚 N- 乙

烯基己内酰胺的重要中间体；一般都采用合成工艺生成，其控制反应终点的重要指标之一是确定原料乙烯基己内酰胺的残留量；因此建立测定乙烯基己内酰胺残留对于产品的质量控制在重要的意义。

本文采用气相色谱法结合氮磷检测器 (FTD) 建立了新型药用载体 Soluplus 产品中乙烯基己内酰胺残留量的分析方法，该方法操作简单，灵敏度高、准确性好，可为乙烯基己内酰胺残留量的监控提供借鉴。

实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：岛津 Nexis GC-2030 配 FTD 检测器

1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rtx-wax, 30 m x 0.25 mm x 0.25 μm

柱温程序：130°C_5°C/min_240°C (5 min)

进样口温度：220°C

载气：氮气

控制模式：恒线速度

进样方式：分流进样

分流比：30:1

柱流量：0.84 mL/min

检测器：FTD

检测器温度：250°C

空气流量：145 mL/min

氢气流量：1.5 mL/min

尾吹气流量：27.5 mL/min

检测器电流：2 pA

1.3 样品前处理

称取 0.5 g (精确至 0.001 g) 样品于 25 mL 容量瓶中，加入 2 mL 内标溶液 (0.2 mg/mL 的苯腈乙醇溶液)，并用乙醇定容至刻度，混匀待测。

■ 结果与讨论

2.1 标准品色谱图

乙烯基己内酰胺标准品色谱图和化合物信息分别见图 1 和表 1。

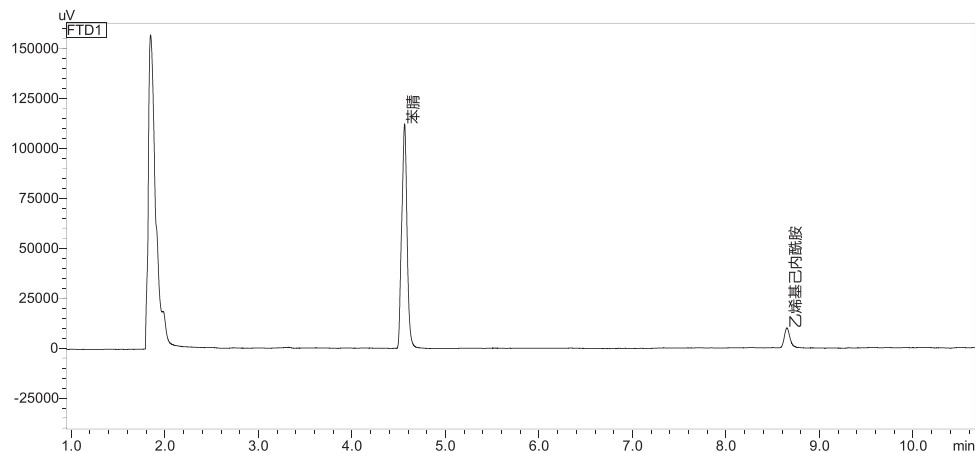


图 1 乙烯基己内酰胺及内标色谱图 (80 mg/kg)

表 1 化合物信息表

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	检出限 (mg/kg)
1	苯腈 (内标)	benzonitrile	100-47-0	4.650	-
2	乙烯基己内酰胺	vinylcaprolactam	2235-00-9	8.665	2.05

2.2 标准曲线

准确称取一定量的乙烯基己内酰胺质量于容量瓶中，按用乙醇定容配置成中间储备液；分别吸取不同体积的中间储备液于 25 mL 容量瓶，并加入 2 mL 内标溶液 (0.2 mg/mL 的苯腈乙醇溶液)，用乙醇定容混匀，配制成 10、30、50、80、120、160 mg/kg (折合至样品称样量后浓度) 后上机分析，分别以浓度比为横坐标，峰面积比为纵坐标，建立内标标准曲线，标准曲线见图 2。重新配制浓度为 4 mg/kg 标准品溶液数据计算得到检出限 (S/N=3)，具体结果见表 1。

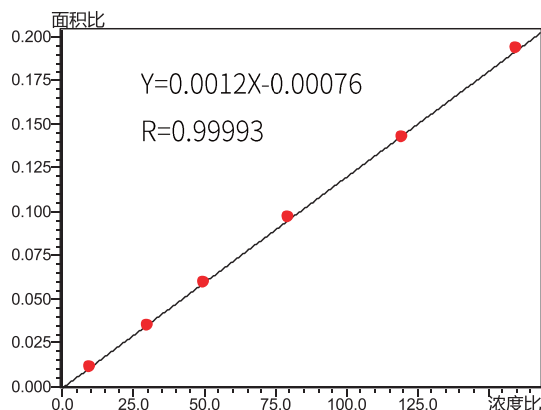


图 3 乙烯基己内酰胺标准曲线

2.3 重复性考察

在供试样品中添加浓度为 50 mg/kg 的混合标准品溶液，连续进样分析 6 次，计算重复性，结果见表 2。

表 2 重复性结果 (n=6)

化合物名称	峰面积比						RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	
乙烯基己内酰胺	0.0614	0.0595	0.0610	0.0612	0.0618	0.0596	1.56

2.4 回收率考察

取供试样品，分别添加一定浓度的标准品溶液，按上述前处理方法提取定容，添加浓度分别为 25、50 及 75 mg/kg，制备三个水平的加标样品，每个水平重复 3 次，进行加标回收率实验。样品色谱图见图 4 所示，加标回收率结果见表 3 所示。

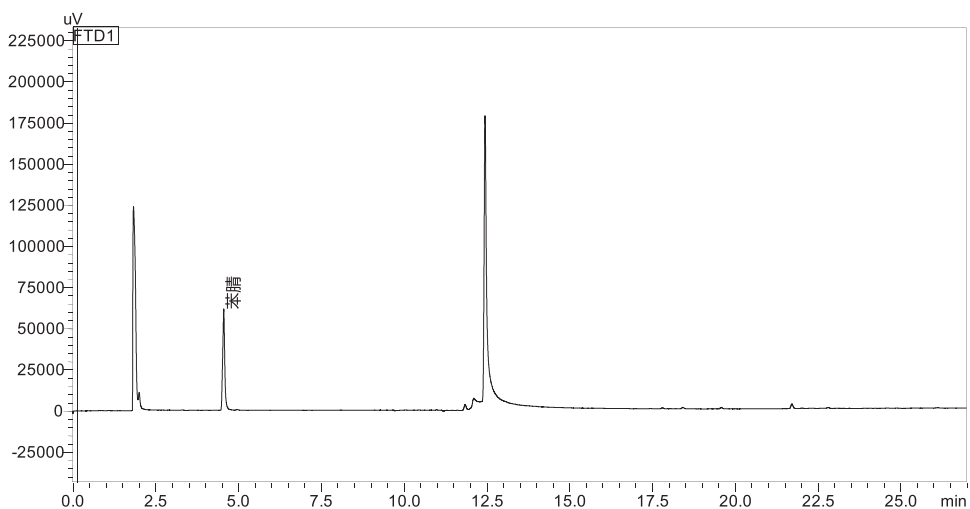


图 4 供试样品色谱图

表 3 乙烯基己内酰胺回收率实验结果 (n=3)

No.	供试品测定结果 (mg/kg)	加标浓度 (mg/kg)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	N.D.	25	98.4	1.56
2	N.D.	50	101.9	1.64
3	N.D.	75	101.6	1.61

注：N.D. 表示未检出。

■ 结论

本文利用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪配 FTD 检测器，建立了新型药用载体中乙烯基己内酰胺残留量的检测方法。样品经称量、加内标、定容过滤后进样分析，采用内标法进行定量。乙烯基己内酰胺在 10-160 mg/kg 浓度范围内，其相关系数大于 0.999；重复性实验中，乙烯基己内酰胺面积比的相对标准偏差为 1.56%，重复性良好；在不同添加浓度下其乙烯基己内酰胺的加标回收率在 98.4~101.9% 之间，相对标准偏差均小于 1.70%，方法准确性良好。该方法操作简单，准确度高，可为乙烯基己内酰胺残留量的监控提供借鉴。

岛津应用云

