

# 气相色谱法测定丙二醇中乙二醇和二甘醇残留量

GC-280

**摘要：** 本文利用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030，建立了丙二醇中乙二醇、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，组分峰面积 RSD 均小于 3.5%。样品加标实验中，添加量为 100  $\mu\text{g}/\text{g}$  和 1000  $\mu\text{g}/\text{g}$  两个浓度，回收率在 99.61-116.14% 之间。该方法操作简单，结果准确，可用于丙二醇中乙二醇、二甘醇残留量测定。

**关键词：** 气相色谱仪 丙二醇 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。

1,2- 丙二醇，分子式  $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_2$ ，是一种无色无味、低毒性的液体，因其固有的分子结构，具有吸湿、保水、乳化作用，进而作为添加剂和辅料广泛应用。但生产过程易被有毒的乙二醇 (EG) 和二甘醇 (DEG) 等化学品污染，人体意外摄入乙二醇和二甘醇会导致中枢神经系统损伤和肾功能衰竭。目前已持续有消费者因摄入被 DEG 或 EG 污染的液体剂型 (如咳嗽、过敏、止痛药和止吐药) 药品中毒致死的报道。

对此，美国 FDA 于 5 月 8 日发布行业指南“甘油、丙二醇、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”，指南旨在提醒制药商、药房、重新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，建立了丙二醇中乙二醇、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，为预防丙二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 $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$

柱 温 程 序：80 $^{\circ}\text{C}$  (1 min)\_30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \_150 $^{\circ}\text{C}$  (1 min)\_5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \_210 $^{\circ}\text{C}$ \_30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \_230 $^{\circ}\text{C}$  (5 min)

进 样 口 温 度：250 $^{\circ}\text{C}$

载 气 控 制 方 式：恒线速度方式

线 速 度：37 cm/s

进 样 方 式：分流进样

分 流 比：10:1

进 样 量：1  $\mu\text{L}$

检 测 器：FID

检测器温度：250 $^{\circ}\text{C}$

氢 气 流 量：32 mL/min

空 气 流 量：200 mL/min

尾 吹 气 流 量：24 mL/min

## ■ 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，制成每 1 mL 含 1 mg 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  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的乙二醇、二甘醇混合标液，添加内标量 50  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

### 2.3 供试品溶液配置

准确称量 1,2- 丙二醇样品 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  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，混匀待测。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准溶液色谱图

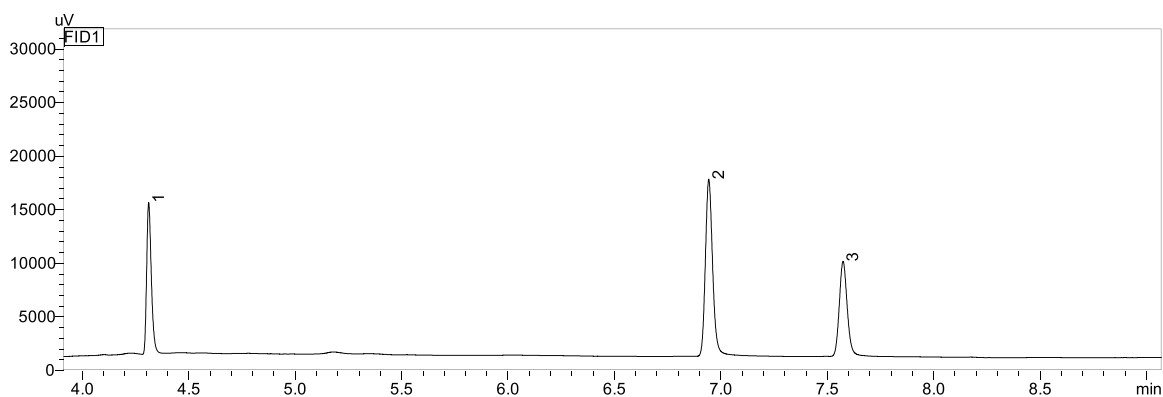


图 1 对照品溶液色谱图 (50  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )

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。

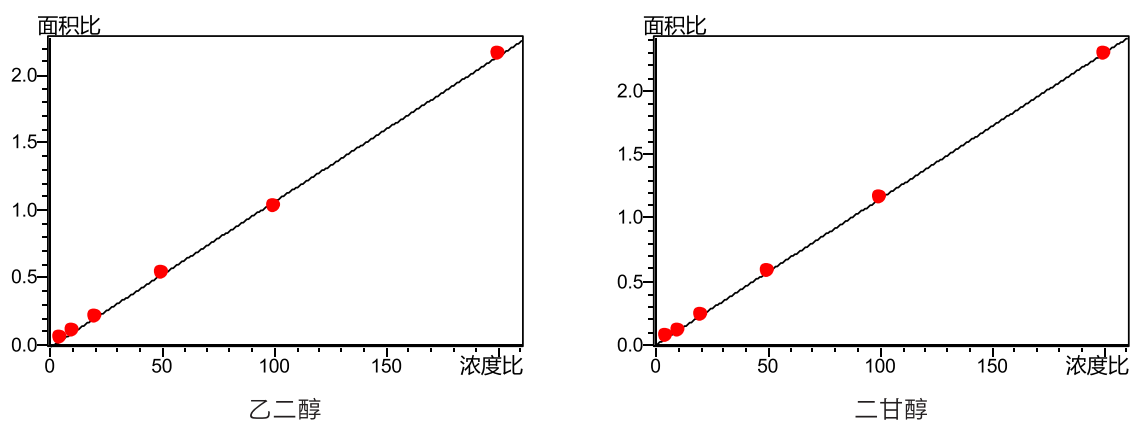


图 2 化合物标准曲线

取浓度为 5.0  $\mu\text{g/mL}$  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 ( $\mu\text{g/mL}$ )
1	乙二醇	0.9996	0.205
2	二甘醇	0.9999	0.255

### 3.3 重复性测试

取浓度为 5.0  $\mu\text{g/mL}$  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 $\mu\text{g/mL}$						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	2392	2234	2444	2375	2288	2312	3.28
2	二甘醇	2474	2429	2402	2436	2470	2506	1.53

### 3.4 样品结果及加标回收率测试

检测某品牌丙二醇样品，该样品色谱图见图 3，该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  $\mu\text{g/g}$  和 1000  $\mu\text{g/g}$  两个浓度水平加标，考察方法回收率，回收率结果见表 4。

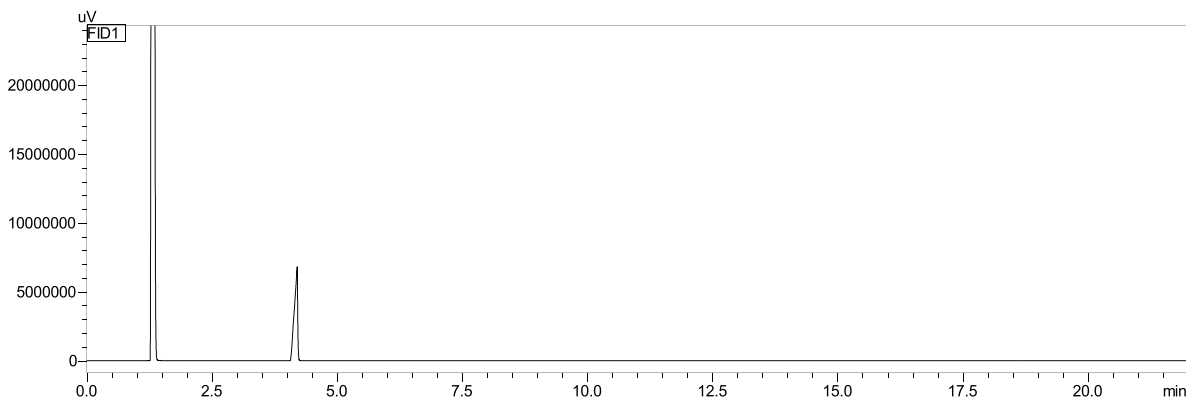


图 3 某品牌样品色谱图

表 4 样品加标回收率测定结果

No.	化合物名称	100 $\mu\text{g/g}$		1000 $\mu\text{g/g}$	
		平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	乙二醇	101.65	1.87	116.14	0.27
2	二甘醇	99.61	0.90	108.02	2.04

## ■ 结论

本文采用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030，建立了丙二醇中乙二醇、二甘醇残留量检测方法。在 5.0 ~ 200  $\mu\text{g}/\text{mL}$  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 3.5%。样品加标实验中，添加量为 100  $\mu\text{g}/\text{g}$  和 1000  $\mu\text{g}/\text{g}$  两个浓度，回收率在 99.61-116.14% 之间。该方法操作简单，可以有效检测丙二醇中乙二醇和二甘醇类化学污染物含量。

岛津应用云

