

聚山梨酯20、40、60、80中乙二醇、二甘醇检测

应用背景

乙二醇、二甘醇都是是具有中枢神经抑制作用的物质，需要控制人体摄入量。药典中辅料聚山梨酯20、40、60、80项下中规定其按内标法计，乙二醇和二甘醇均不得过0.01 %。

实验条件

仪器：Trace 1310气相色谱仪，AI1310自动进样器

色谱柱：TG-17MS 30m×0.53mm，1um (PN:26089-2980)

进样口参数：SSL进样口，270 °C；分流进样，进样1μL，不分流

柱温参数：40 °C初始,10 °C/min升温至60 °C，保持5min，再以10°C/min升温至170°C，以15°C/min升温至280°C，保持60min。恒流模式 6mL/min

检测器参数：FID检测器，290 °C,吹扫气流速 40 mL/min。

实验过程

取1,3 丁二醇适量，用丙酮稀释成 1ml 含有 4mg 的溶液，作为内标溶液。取乙二醇、二甘醇适量，精密称定，置于同一个 100ml 量瓶中，加丙酮稀释至刻度，摇匀，精密量取 10ml 到 100ml 量瓶中，精密加入内标液 1ml，用丙酮稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。

实验结果

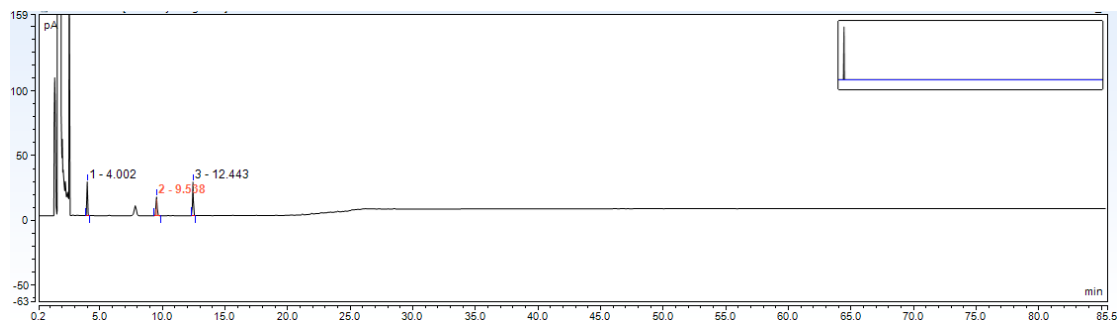


图1. 对照品色谱图

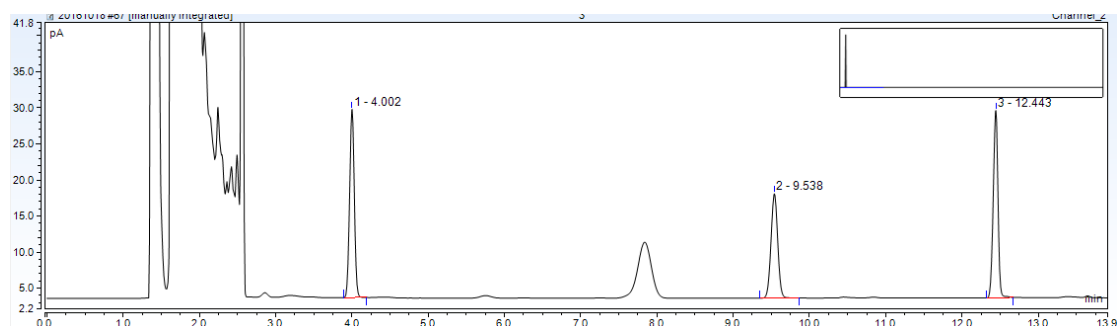


图2. 为图1放大后

表1. 实验结果及药典验证指标

样品	保留时间		RSD (指标)	塔板数	塔板数	分离度		峰面积 (pA*min)	峰面		LOD (ppm)	LOQ (ppm)	药典限 值 (ppm)
	(min)	RSD				指 标	指 标		指 标	积 RSD%			
乙二醇	4	0.08%	2%	20071	—	40.58	1.5	1.9388	2.24%	26.11	5	16.8	40
1,3 丁二醇	9.54	0.05%	2%	56412	—	21.32	1.5	1.5359	2.38%	14.47	9.4	31.4	40
二甘醇	12.44	0.04%	2%	195162	—	n. a.	1.5	1.9416	2.45%	25.98	5.1	16.9	40

注：分离度为n.a.表示该峰周围很大距离内没有其他峰；RSD为连续进样8针结果，指标为药典0521通则规定。