应用简报

制药

使用 Agilent PLgel 凝胶渗透色谱柱对 2025 版《中国药典》三辛酸甘油酯中游离甘油的含量进行测定

作者

沈梦洁，杨文斌，陈波，鲁锐

安捷伦科技（中国）有限公司

摘要

本应用简报参考 2025 版《中国药典》要求，建立了三辛酸甘油酯中游离甘油的定量分析方法。该方法采用 Agilent 1260 Infinity III GPC 系统，并将两根 Agilent PLgel 100Å, 7.5 × 300 mm, 5 µm 凝胶渗透色谱柱串联使用。方法验证实验结果表明，游离甘油在 30–3000 µg/mL 范围内获得了良好的线性响应 (R^2 = 0.9998)，且方法定量限 (LOQ) 为 30 µg/mL，满足药典对药用辅料微量杂质检测灵敏度的要求；且系统适用性良好，精密度和准确度均符合药典要求。该方法适用于准确测定三辛酸甘油酯中的游离甘油含量，能够为制药企业及第三方检测机构对三辛酸甘油酯进行质量控制提供助力。

前言

三辛酸甘油酯作为药用辅料广泛用于润滑剂、乳化剂或药用载体，其中的游离甘油含量是评估产品纯度的关键指标。2025 版《中国药典》四部在三辛酸甘油酯品种项下新增“游离甘油”检查，且规定的限度为 0.5% (w/w)[1]。该杂质主要来源于甘油与辛酸不完全酯化或酯键水解，可能影响制剂的黏度、pH 和长期稳定性。传统化学衍生-滴定法存在专属性差、耗时长等不足，难以满足现代 QC 实验室的高通量需求。本应用采用 Agilent 1260 Infinity III GPC 系统，并将两根 Agilent PLgel 凝胶渗透色谱柱串联使用，实现了对三辛酸甘油酯中游离甘油的定量分析。

实验部分

试剂和样品

四氢呋喃（含 BHT 稳定剂）为色谱纯级，购于安谱公司；甘油对照品购于默克公司；样品为市售产品。

仪器和设备

采用 Agilent 1260 Infinity III GPC 系统，配备如下安捷伦模块：等度泵（部件号 G7110B）、自动进样器（部件号 G7129A）、柱温箱（部件号 G7116A）和示差折光检测器（部件号 G7162A）。

色谱柱选用 Agilent PLgel 100Å, 7.5 × 300 mm, 5 µm（部件号 PL1110-6520），且双柱串联使用。

标准品制备

精密称取甘油对照品适量，加四氢呋喃溶解并定量稀释，制得每 1 mL 中约含 0.25 mg 的溶液，作为甘油对照品溶液。

分别精密称取甘油对照品适量，加四氢呋喃溶解并定量稀释，制得每 1 mL 中约含 30 µg、150 µg、300 µg、750 µg、1500 µg 和 3000 µg 的溶液，作为甘油系列标准工作溶液。

精密称取三辛酸甘油酯样品适量，加四氢呋喃溶解并定量稀释，制得每 1 mL 中约含 50 mg 的溶液，作为供试品溶液。

色谱条件

色谱柱：PLgel 100Å, 7.5 × 300 mm, 5 µm；双柱串联

流速：0.5 mL/min

柱温：40 °C

流动相：四氢呋喃（含 BHT 稳定剂）

检测器：示差折光检测器

检测温度：40 °C

结果与讨论

供试品加标溶液分离结果

按照上述方法对空白、甘油对照品以及甘油加标浓度为 300 µg/mL 的三辛酸甘油酯供试品加标溶液进行进样分析，所得结果如图 1 所示。从图中可以看出，所分析的供试品加标溶液中的三辛酸甘油酯和甘油的峰形良好，且两者实现完全分离，分离度为 7.1。

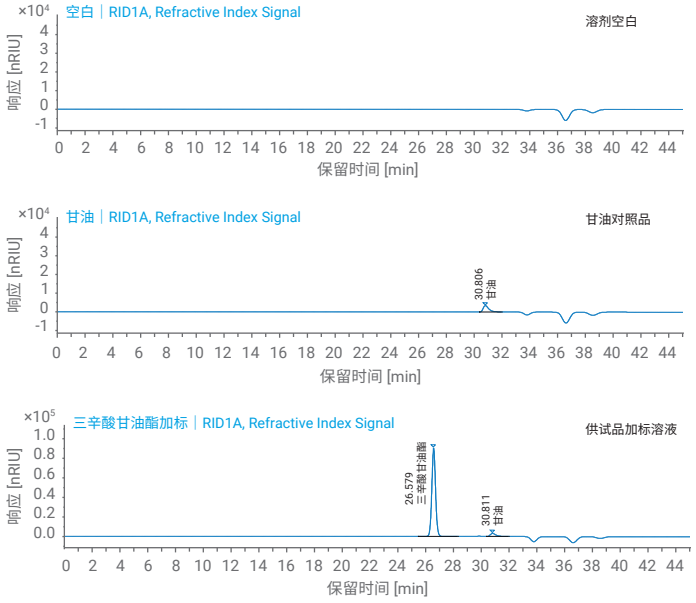


图 1. 空白、甘油对照品和供试品加标溶液分析结果

标准曲线与相关系数

将甘油系列标准工作溶液按浓度由低到高进样，然后以浓度为横坐标、以峰面积为纵坐标绘制标准曲线。结果如图 2 所示。从图中可以看出，在 30–3000 µg/mL 的浓度范围内，甘油的线性相关性良好，相关系数 R^2 高于 0.999。表明该方法具有出色的线性范围。

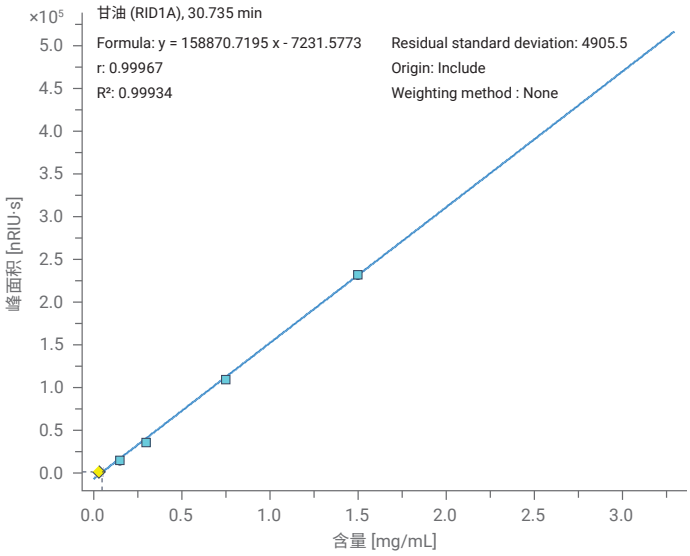


图 2. 甘油标准曲线

重复性

将甘油加标浓度为 300 µg/mL 的供试品加标溶液连续进样 6 次，考察方法的重复性。结果显示，甘油的保留时间相对标准偏差 (RSD) 小于 0.03%，峰面积 RSD 小于 0.6%，表现出良好的重复性。

加标回收率

将甘油加标浓度为 300 µg/mL 的三辛酸甘油酯样品进样分析两次，结果如图 3 所示。从图中可以看出，两次分析得到的甘油的回收率分别为 100.7% 和 101.3%，表明该方法具有出色的准确度。

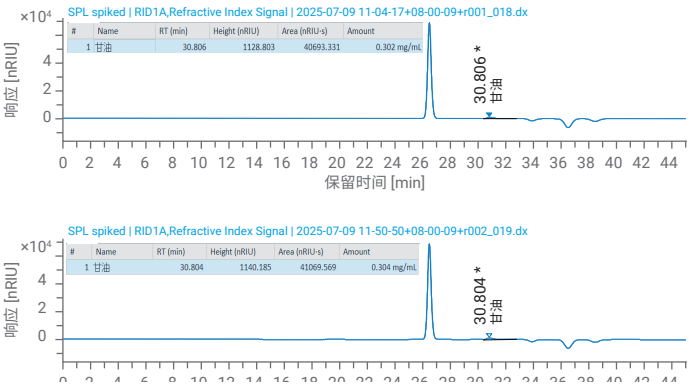


图 3. 样品加标回收结果

方法灵敏度

根据 S/N = 3 计算出检出限 (LOD)，S/N = 10 计算出定量限 (LOQ)。结果如图 4 所示。甘油浓度为 30 µg/mL 时，信噪比大于 10，满足定量限要求。

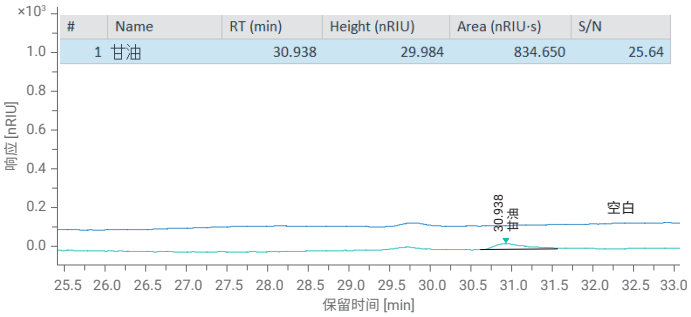


图 4. 甘油定量限结果

实际样品分析

按照上述方法对市售三辛酸甘油酯样品进行进样分析，结果在该样品中未检出甘油（色谱图见图 5）。

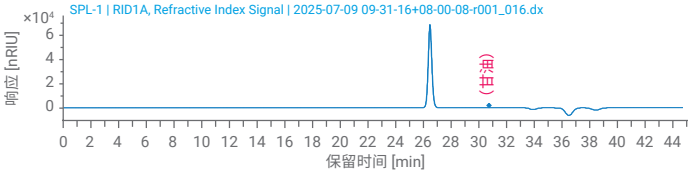


图 5. 市售三辛酸甘油酯样品分析结果

结论

本应用参照 2025 版《中国药典》要求，采用 Agilent 1260 Infinity III GPC 系统，并将两根 PLgel 100Å, 7.5 × 300 mm, 5 µm 凝胶渗透色谱柱串联使用，实现了对三辛酸甘油酯中游离甘油含量的定量分析。方法验证实验结果表明，该方法符合药典对系统适用性、灵敏度、准确度和精密度的规定，适合用作药用辅料三辛酸甘油酯质量控制的常规检测手段。

参考文献

1. 2025 版《中国药典》. 中国医药科技出版社, 2025

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278，400-820-3278（手机用户）

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn



www.agilent.com

DE-011161

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2025
2025 年 11 月 26 日，中国出版
5994-8759ZHCN

Agilent
Trusted Answers