

按照 ASTM D2269-10 对白矿油进行紫外-可见光谱分析

使用 Agilent Cary 3500 多池紫外-可见分光光度计
节省时间、减少测量误差并简化数据分析



作者

Yasurika Heenatigala
安捷伦科技有限公司

摘要

药品生产中使用的白矿油必须按照法规要求进行严格的纯度测试并满足相应标准。根据 ASTM D2269-10 标准方法，本研究使用 Agilent Cary 3500 多池紫外-可见分光光度计，通过萘含量测定进行矿物油纯度检测。该方法满足 ASTM D2269-10 规定的精密度标准，证明了其在质量控制应用中的可靠性。然后对三种市售矿物油样品进行了检测，并根据 USP-NF 专论规定的萘含量可接受限值对结果进行了评估。三种矿物油样品中只有两种通过了纯度测试。本研究还证明了 Agilent Cary UV Workstation 软件的优势，该软件可简化数据采集和分析，显著提升检测效率并生成清晰直观的报告。

前言

白矿油是从精炼原油中提取的复杂芳香烃液态混合物，广泛应用于食品（加工）、化妆品、药物配方和工业应用等各个领域，可作为起始原料、添加剂或辅料使用^[1]。

制药行业是一个受到严格监管的行业，旨在确保药品的安全性、有效性和质量，保障公众健康。因此，药物配方中使用的药用级矿物油也受到严格的法规监管，需要进行主动监测和纯度测试来确保其中的痕量污染物符合行业标准。欧洲和美国药典都规定采用紫外 (UV) 分光光度法来测定矿物油样品中萘（一种多环芳烃）等杂质的浓度^[2]。为帮助分析人员开展检测工作，US-NF 规定了萘的吸光度 (Abs) 上限^[3]。

ASTM 为材料评估提供了标准化的方法，确保整个行业测量实践的一致性与可靠性。ASTM D2269-10 标准测试方法通过测定萘相对于标准物质的紫外吸光度来评估白矿油是否适合其预期用途^[4]。该测试方法参考了美国药典和国家处方集 (USP-NF) 规范，适用于药用级矿物油的检测。

本研究采用 Cary 3500 多池紫外-可见分光光度计（图 1）和 Agilent Cary UV Workstation 软件测定了三种市售矿物油样品的紫外吸光度，证明了该检测平台的优势。根据 ASTM D2269-10 标准方法，最终确定了这些矿物油的纯度。

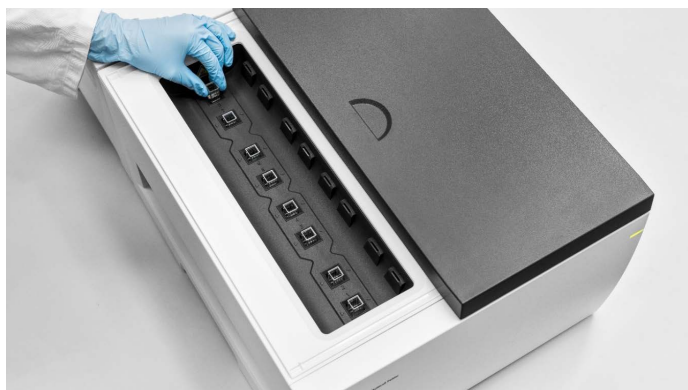


图 1. 所有测量均使用 Agilent Cary 3500 多池紫外-可见分光光度计

实验部分

样品和标准品前处理

标准空白：光谱级 2,2,4-三甲基戊烷（异辛烷）（Sigma-Aldrich，部件号 1047182500，CAS 号 540-84-1）。

标准品：将 44.3 mg 萘（Sigma-Aldrich，部件号 147141-25G，CAS 号 91-20-3）加入到一个洁净、干燥、已称重的 100 mL 容量瓶中。记录质量（精确至 0.0001 g），然后用异辛烷稀释至刻度，塞紧瓶塞并充分混匀。计算溶解后的溶液浓度，然后取适当体积，配制 20 mL 浓度为 7.0 mg/L 的萘-异辛烷标准溶液。

样品：将 25 mL 矿物油（安捷伦科技公司，部件号 5190-8716）和 25 mL 己烷（Sigma-Aldrich，部件号 270504-2L，CAS 号 110-54-3）转移至分液漏斗中并混匀。然后，加入 5 mL 二甲基亚砜 (DMSO)（Sigma-Aldrich，部件号 1029500500，CAS 号 67-68-5），将混合物剧烈摇晃 1 分钟。静置混合物，直至下层澄清。转移下层液体，并向转移的液体中加入 2 mL 己烷。再次摇晃混合物，然后静置，直至下层澄清。提取下层液体作为矿物油提取物。取 3 mL 提取的样品转移至标准 3.5 mL、10 mm 光程石英比色皿（安捷伦科技公司，部件号 5061-3387）。对三批不同的矿物油分别重复三次此流程。

溶剂对照：将 5 mL DMSO 加入分液漏斗中的 25 mL 己烷中。将混合物剧烈摇晃 1 分钟，然后静置直至下层澄清。提取下层液体作为溶剂对照。准备三个溶剂对照比色皿，每个比色皿含有 3 mL 提取的空白溶液（使用 10 mm 石英比色皿）。

仪器

准备好矿物油提取物和溶剂对照比色皿后，使用 Cary 3500 多池紫外-可见分光光度计（图 1）测量吸光度，具体参数如表 1 所示。该仪器采用多池设计，最多可以同时测量七个样品和一个参比，确保优化、高效的工作流程。

表 1. Agilent Cary 3500 多池紫外-可见分光光度计的数据采集参数

参数	设定值
波长范围	260–350 nm（含）
信号平均时间	0.1 s
数据间隔	1 nm
光谱带宽	2 nm

结果与讨论

ASTM D2269-10 测试方法依据 USP-NF 专论，规定了矿物油中杂质（萘）吸光度阈值可接受标准。如专论中所述，“样品溶液在指定波长范围内的吸光度[不应]超过标准溶液吸光度的三分之一”。样品溶液的指定波长范围为 260–350 nm，而标准溶液的吸光度测定波长为 275 nm。

计算可接受限值

ASTM D2269-10 规定了确定矿物油杂质可接受限值的程序。为满足这一要求，Cary UV Workstation 内置“End of sequence analysis”（序列后分析）等功能，有助于遵守标准方法的质量控制 (QC) 要求。如图 2 所示，在序列后“Analysis 1”输入用于计算萘杂质吸光度阈值的公式（基于参比标样的测量结果）。为了在光谱中直观地生成杂质吸光度阈值，在序列后“Analysis 2”使用了 Divide Scalar (3) 函数。

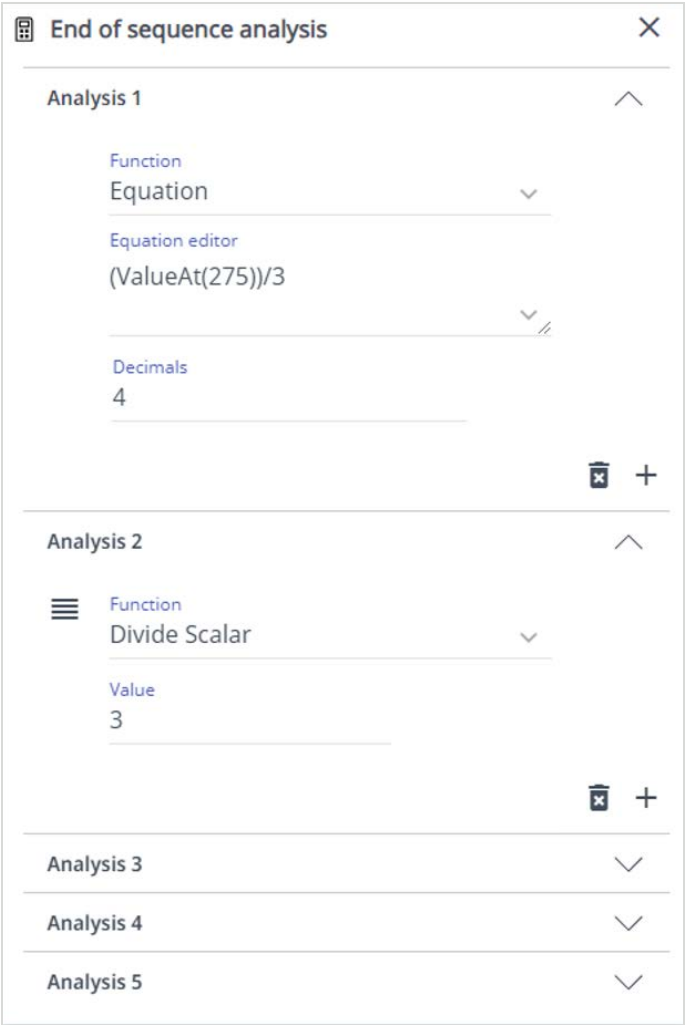


图 2. 测定萘参比标样后，使用 Agilent Cary UV Workstation 内置的“End of sequence analysis”（序列后分析）功能自动完成两项分析。Analysis 1：杂质吸光度阈值（ $y = (x = 275 \text{ 处的吸光度}) / 3$ ）。Analysis 2：使用 Divide Scalar 函数来可视化 275 nm 处的吸光度限值

使用 Cary 3500 多池紫外-可见分光光度计在 Scan（扫描）应用模式下测量萘参比标样，并在 Cary UV Workstation 中对光谱进行可视化。软件返回的杂质吸光度可接受限值为 0.0997 Abs。

定量分析

使用新的扫描批次来测定三种矿物油样品中的萘含量。使用“End of sequence analysis”（序列后分析）功能计算样品在指定波长范围内的吸光度，并将其与杂质吸光度阈值 0.0997 Abs 进行比较。该过程可评估样品是否符合 USP-NF 专论中规定的可接受标准。

完成对溶剂对照的基线测量后，使用 Cary 3500 多池紫外-可见分光光度计同时采集三种矿物油样品的光谱，序列如图 3 所示。

Cary UV Workstation 根据序列设置自动生成吸光度表。这些吸光度根据 ASTM D2269-10 方法规定的要求进行报告。

用杂质吸光度限值 0.0977 减去每个样品的最大吸光度（使用以下公式计算：Sample x (YMax)）。结果为正表示该样品通过测试（萘吸光度及浓度可忽略），结果为负则表示样品未通过测试（光谱区域吸光度较高，表明萘浓度较高）。如图 4 所示，三种矿物油中有两种通过了纯度测试。

Results and Analysis

Calculator results (2025-03-12 19:05:18 (-07:00))

0.0997-Y Max(260,350)

Sample name	Results
Mineral oil extract 1	0.0043
Mineral oil extract 2	0.0069
Mineral oil extract 3	-0.0452

图 4. 正值表示萘浓度可忽略不计（即该样品通过了纯度测试）。相反，根据 ASTM D2269-10，负值表示萘浓度较高，表明样品不纯

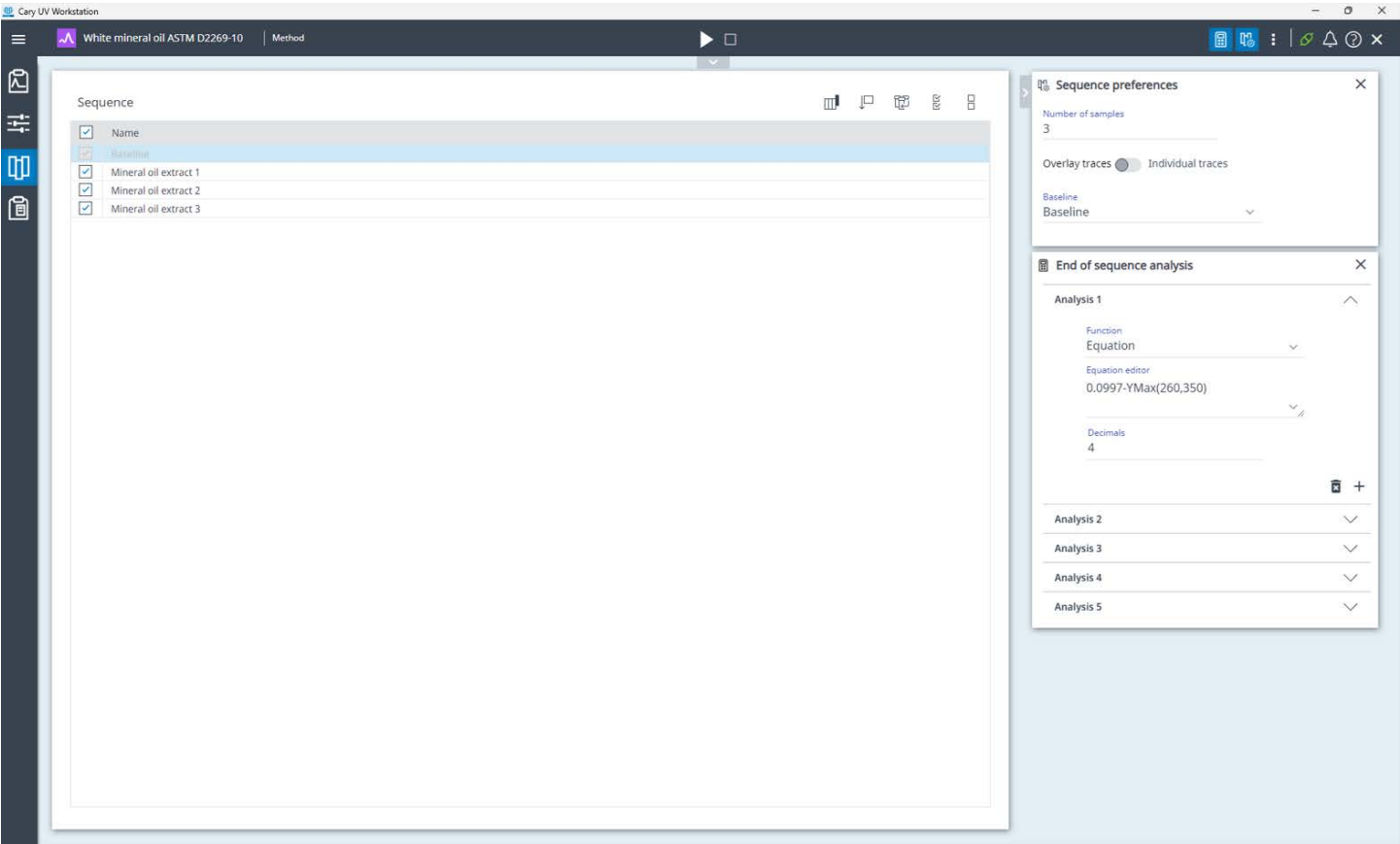


图 3. Agilent Cary UV Workstation 中的序列设置页面，使用 Agilent Cary 3500 多池紫外-可见分光光度计同时检测三种矿物油样品

定性分析

“Load Spectrum”（加载光谱）是一种软件工具，用户可通过该功能在安全的数据库中检索使用 Scan（扫描）应用程序采集的样品数据。如图 5 所示，利用该功能可将杂质吸光度阈值光谱叠加显示在当前样品的光谱图上。

该功能还会在每次使用时记录相应的审计追踪条目，以确保可追溯性和归责性，如图 6 所示。

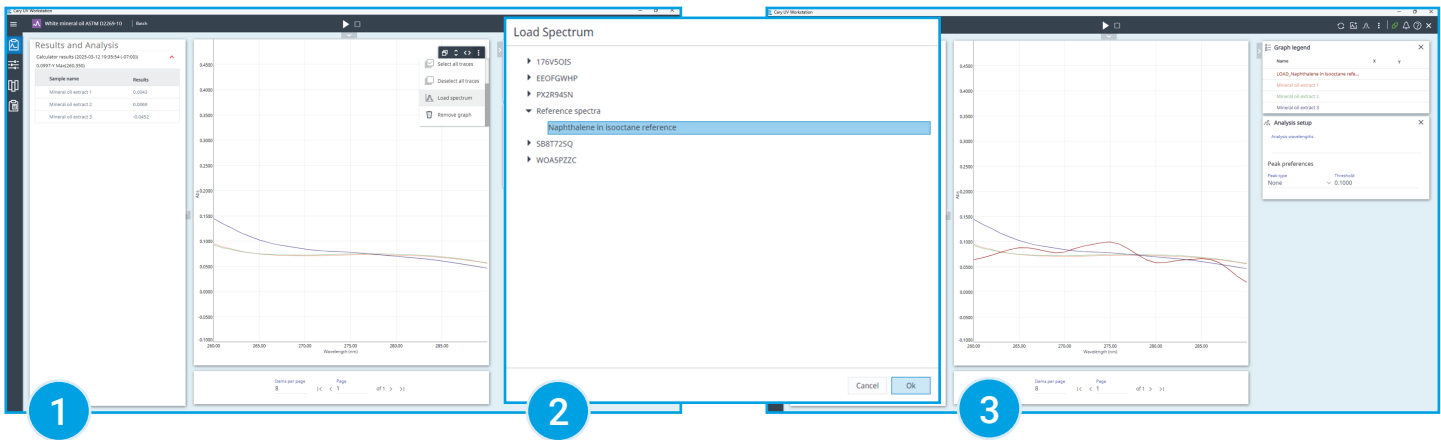


图 5. Load Spectrum（加载光谱）功能允许用户将来自之前批次的光谱加载到当前打开的批次中。用户界面提供了一种直观的方式来浏览批次并选择所需的光谱

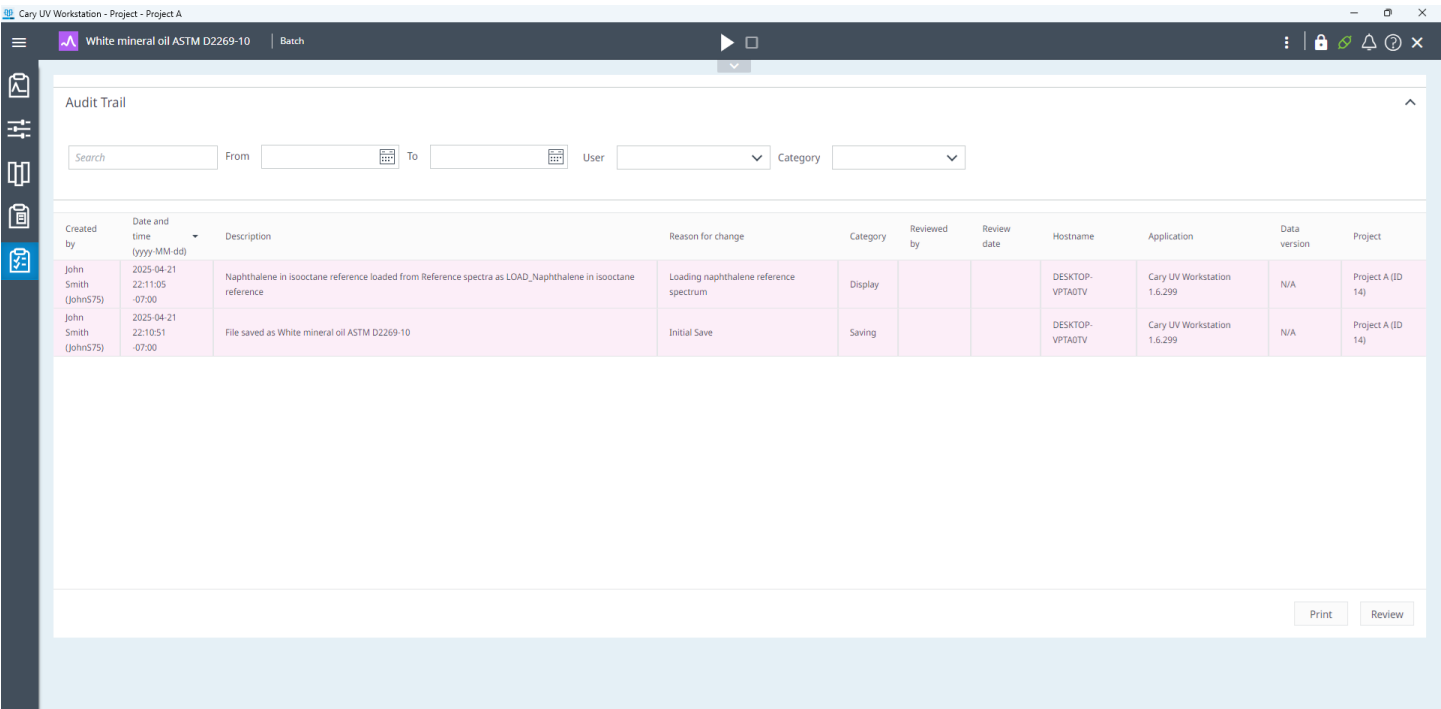


图 6. 使用加载光谱功能时生成的审计追踪

Cary UV Workstation 支持图表缩放，便于用户进行比较分析。如图 5（和图 7）所示，将谱图放大以显示 260–290 nm 范围。对于测试样品，如果整个波长区域的吸光度超过 275 nm 处的杂质吸光度限值 (0.0977 Abs)，则表明萘（杂质）浓度较高。谱图显示，矿物油样品 1 和 2 中萘的浓度非常低，它们的光谱均未超过杂质吸光度阈值。然而，样品 3 超出了限值，可能是由于样品前处理过程中受到污染。

生成报告

Cary UV Workstation 可将结果整合为一份报告。可选择报告中要包含的相关信息，例如数值分析表、放大图和审计追踪（图 7）。最终报告将自动生成 PDF 格式并导出到用户指定的位置，从而实现无缝信息传输。

将数据采集参数、序列后分析设置和报告首选项作为方法保存在 Cary UV Workstation 中。在之后的分析中，通过调用该优化方法可实现自动计算和报告（包括自动导出报告到用户指定的位置），从而简化矿物油的检测流程。

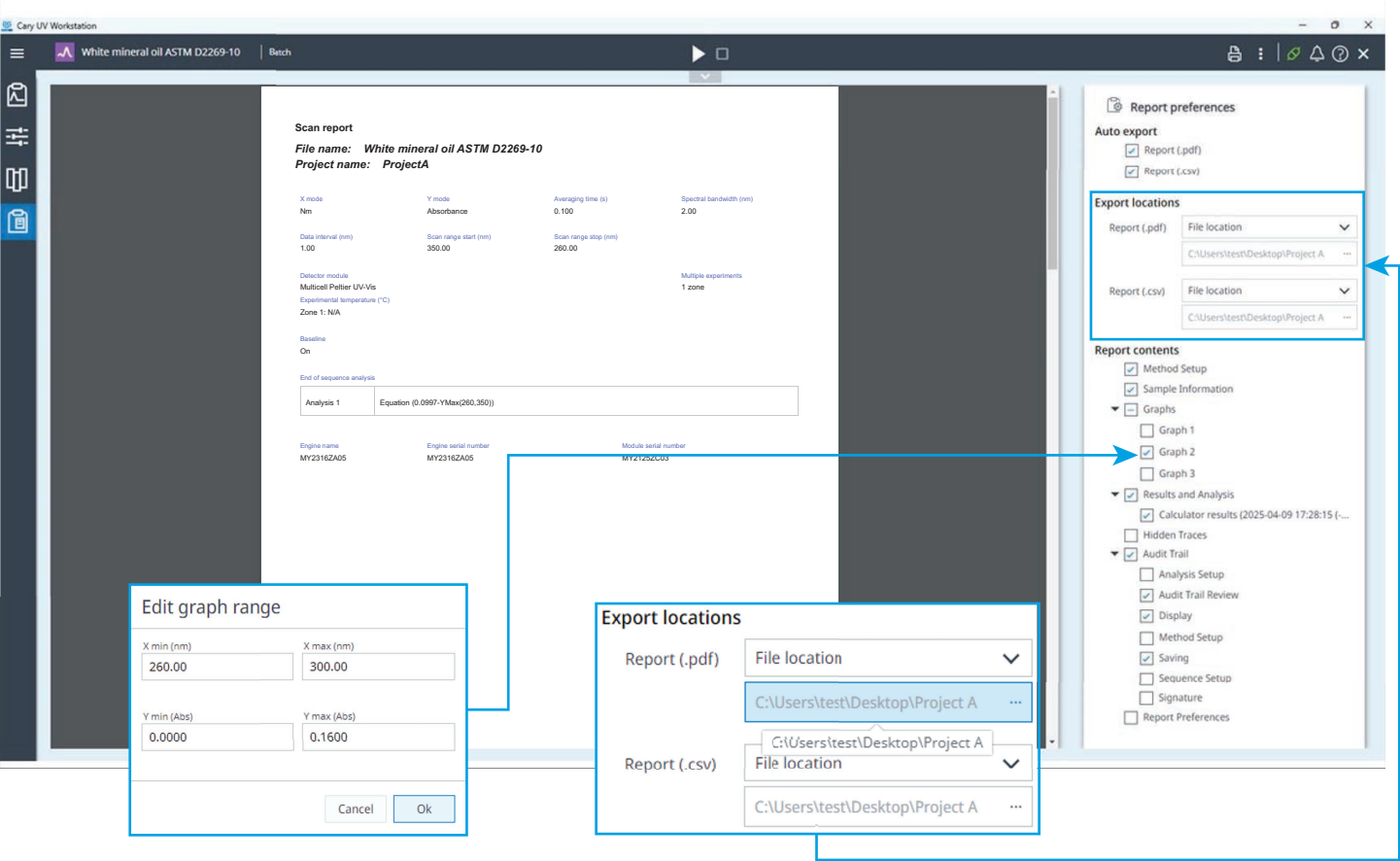


图 7. Agilent Cary UV Workstation 允许用户根据自己的偏好选择或取消选择报告的内容

扫描报告

文件名: White mineral oil ASTM D2269-10

项目名称: 项目 A

X 轴

nm

Y 轴

吸光度

信号平均时间 (s)

0.100

光谱带宽 (nm)

2.00

数据间隔 (nm)

1.00

扫描范围起始波长 (nm)

350.00

扫描范围结束波长 (nm)

260.00

检测器模式

多池控温 UV-Vis

检测温度 (°C)

第一温度: N/A

基线

开启

序列分析

Analysis 1

Equation (0.0997*YMax(260,350)), Decimals: 4.

主机名称

MY2316ZA05

主机序列号

MY2316ZA05

模块序列号

MY2125ZC03

生成人员

John Smith (JohnS75)

生成日期

2025-04-21 22:36:06 (-07:00)

Cary UV Workstation

版本 1.6

第 1 页, 共 4 页

图 2

Abs

波长 (nm)

图例 (用户定义)

- 空溶剂光应用值
- 矿物油提取物 1
- 矿物油提取物 2
- 矿物油提取物 3

生成人员

John Smith (JohnS75)

生成日期

2025-04-21 22:36:06 (-07:00)

Cary UV Workstation

版本 1.6

第 2 页, 共 4 页

计算结果 (2025-03-12 19:35:54 (-07:00))

0.0997*Y Max(260,350)

样品名称	结果
矿物油提取物 1	0.0043
矿物油提取物 2	0.0069
矿物油提取物 3	-0.0452

生成人员

John Smith (JohnS75)

生成日期

2025-04-21 22:36:06 (-07:00)

Cary UV Workstation

版本 1.6

第 3 页, 共 4 页

审计追踪

创建人	日期和时间	审查人	审查日期	类别	应用	数据版本	项目	主机名
John Smith (JohnS75)	2025-04-21 22:11:05 (-07:00)	John Smith (JohnS75)		显示	Cary UV Workstation 1.6.299	N/A	项目 A (ID 14)	DESKTOP-VPTAGTV
描述: 从参考谱库中加载谱 (苯基胺辛醇) 参考谱图。色名为 LOAD_Naphthalene in Isodiane reference.								
原因: 应使用参考光谱。								
John Smith (JohnS75)	2025-04-21 22:10:51 (-07:00)	John Smith (JohnS75)		保存	Cary UV Workstation 1.6.299	N/A	项目 A (ID 14)	DESKTOP-VPTAGTV
描述: 文件保存为 "White mineral oil ASTM D2269-10".								
原因: 初始保存。								

生成人员

John Smith (JohnS75)

生成日期

2025-04-21 22:36:06 (-07:00)

Cary UV Workstation

版本 1.6

第 4 页, 共 4 页

图 8. 扫描报告 (四页: (1) 扫描报告, (2) 图表, (3) 计算结果, (4) 审计追踪)

方法精密度

使用 Cary 3500 多池紫外-可见分光光度计对三种矿物油样品进行了精密度测试。根据 ASTM D2269-10 标准，每个样品在 275–280 nm 波长范围内进行了 20 次吸光度测量。

重复性测试评估了仪器内的一致性。按照测试标准，在 20 次连续测试中，相邻两次测试结果的差值仅允许有一次超过 0.014 Abs。在本研究中，所有计算出的标准偏差 (n = 20) 均在 ± 0.014 Abs 范围内，最大差异为矿物油样品 3 的 1.28×10^{-3} Abs，如表 2 所示。

表 2. 275–280 nm（含）波长范围内，20 次测试中的最大差异

样品	275–280 nm 波长范围内的最大差异 (Abs)
矿物油提取物 1	1.93×10^{-4}
矿物油提取物 2	3.05×10^{-4}
矿物油提取物 3	1.28×10^{-3}

重现性测试评估了仪器之间的一致性。按照测试标准，在 20 次测试中，两次独立测试结果之间的差值仅允许有一次超过 0.044 Abs。通过计算不同操作人员之间的标准偏差差值 (ΔSD, n = 20)，发现所有差值均在 ± 0.044 Abs 范围内，最大差异为矿物油样品 3 的 1.16×10^{-3} Abs，如表 3 所示。

表 3. 仪器之间的最大差异，根据操作人员 1 和操作人员 2 之间的差异差值计算得出。在 275–280 nm（含）波长范围内进行了 20 次测试，以得出标准偏差

样品	275–280 nm 波长范围内，操作人员之间的最大差异 (Abs)
矿物油提取物 1	3.05×10^{-5}
矿物油提取物 2	1.79×10^{-4}
矿物油提取物 3	1.16×10^{-3}

ASTM D2269-10 测试方法针对光度测定精密度规定了严格要求，以确保使用紫外-可见光谱分析方法测定纯度的可靠性。精密度测试结果证明了 Cary 3500 紫外-可见分光光度计在矿物油样品纯度测试中的可靠性。

结论

配备 Agilent Cary UV Workstation 软件的 Agilent Cary 3500 多池紫外-可见分光光度计可有效测定三种市售白矿油的纯度（萘）。根据 USP-NF 专论中规定的限值确定了萘的可接受限值，并使用 ASTM D2269-10 测试方法对矿物油样品进行了测试。Cary 3500 紫外-可见分光光度计符合 ASTM D2269-10 中关于萘测定的精密度要求，可用于药用级矿物油的质量控制。

Cary 3500 紫外-可见分光光度计设计有八个比色皿位置，可同时测定多达七个样品和一个参比样品，从而提高效率。多池设计还可有效避免每次测量样品时因环境、操作人员和仪器状态差异导致的任何波动，确保测量结果的准确性和精确度。用户可以通过 Cary UV Workstation 软件加载之前采集的光谱进行比较，并生成清晰的图表用于报告，从而简化实验测试和分析流程。

本研究表明，Cary 3500 多池紫外-可见分光光度计和 Cary UV Workstation 适用于油类制药原辅料的常规纯度测试，完全符合行业标准。

参考文献

1. Pirow, R.; Blume, A.; Hellwig, N.; Herzler, M.; Huhse, B.; Hutzler, C.; Pfaff, K.; Thierse, H.-J.; Tralau, T.; Vieth, B.; *et al.* Mineral Oil in Food, Cosmetic Products, and in Products Regulated by Other Legislations. *Critical Reviews in Toxicology* **2019**, 49(9). <https://doi.org/10.1080/10408444.2019.1694862>
2. Weber, S.; Schrag, K.; Mildau, G.; Kuballa, T.; Walch, S. G.; Lachenmeier, D. W. Analytical Methods for the Determination of Mineral Oil Saturated Hydrocarbons (MOSH) and Mineral Oil Aromatic Hydrocarbons (MOAH)—A Short Review. *Analytical Chemistry Insights* **2018**, 13. <https://doi.org/10.1177/1177390118777757>
3. The United States Pharmacopeial Convention. USP-NF Mineral Oil, 2024, Retrieved from United States Pharmacopeia: https://doi.org/10.31003/USPNF_M54081_02_01
4. ASTM International. ASTM D2269-10 (2020) Standard Test Method for Evaluation of White Mineral Oils by Ultraviolet Absorption. *ASTM Volume 05.01: Petroleum Products, Liquid Fuels, and Lubricants*. doi: 10.1520/D2269-10R20

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-005995

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 4 月 25 日，中国出版，
5994-8265ZHCN