

FDA现公布初步检测牙膏中可能含有的二甘醇（DEG）的薄层色谱（TLC）方法。提供这一筛选方法的目的在于给出一种快速和经济的方式来测试大范围的样品。该TLC程序作为替代方法可检测牙膏中0.1%含量的二甘醇。一旦该方法证实牙膏中含有二甘醇，继而可采用GC-MS等方法来进行验证并获得更精确的结果。GC-MS方法现正为FDA实验室所采用，来对FDA调查部门所收集的牙膏样品中所含有的二甘醇进行含量测定。

## 牙膏中二甘醇的薄层色谱鉴别

Kenyon等[1]采用薄层色谱法对牙膏中的二甘醇进行定量检测，这种方法可以从牙膏中检出最低0.1%含量的二甘醇。下面是对原方法中的样品制备及展开步骤进行改进后的方法的简单描述。

### 供试品溶液制备

称取样品约1.0g(约相当于牙刷上一次涂敷量),置于50 mL 聚丙烯离心管(Corning, 货号:#25335)中,加水5 mL并振摇约1 min使牙膏崩散(可能会产生泡沫)。再加入乙腈并继续振摇约1 min。离心至溶液澄清,收集上清液约1 mL,取0.5 mL 置于1.5 mL 微试管(Bio-Rad, 货号:#2239501)中并加入甲醇1.0 mL稀释,即得。

### 对照品溶液制备

取二甘醇0.2 mL 加甲醇稀释至5.0 mL。精密量取0.5 mL溶液加入甲醇1.0 mL稀释,即得。该溶液仅用于定性鉴别。

### 薄层板

Whatman 硅胶G聚酯纤维板, 20×20 cm, 厚度 250 μm

### 点样

用铅笔轻轻地在薄层板表面距底边2 cm处标记起始刻度线。在薄层板上距起始刻度10cm 处,用铅笔沿着直尺边缘用力划出一条约1mm宽度的划痕,作为展开终止线。分别吸取样品溶液及对照品溶液各5 uL点于薄层板上,挥干溶剂,

*译者注: 建议采用半自动或全自动喷雾点样设备, 以有效减小点样原点直径, 从而提高分离度。*

### 展开剂

丙酮-氨水(5 M)-甲苯(85: 10: 5, 用前新鲜制备)

## 展开

将薄层板放入预先用100 mL展开剂预饱和约30 min的市售薄层展开缸中，展开至终止刻度后，取出薄层板，挥干溶剂。

译者注：采用双槽展开缸可降低展开剂用量至25 mL左右。

## 显色

高锰酸钾氧化（在新鲜制备的展开剂中加入高锰酸钾，制成6.7 mg/mL的溶液）

## 检视

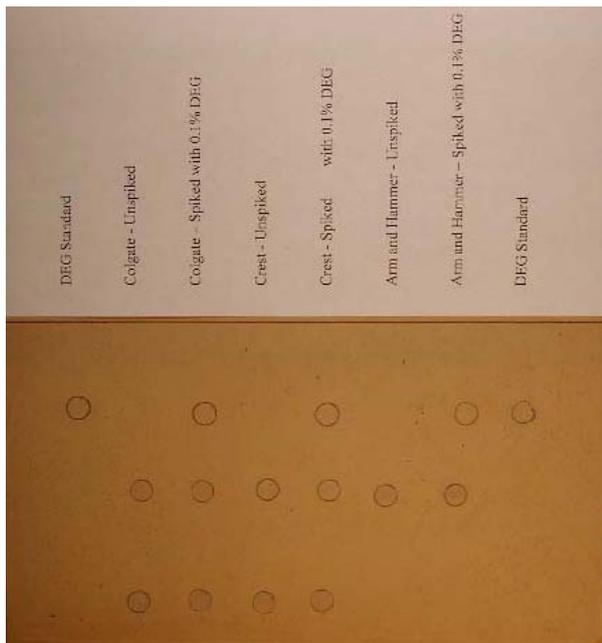
将挥干的薄层板浸入新鲜制备的高锰酸钾显色溶液约5秒，取出薄层板，随着薄层板变干，紫色背景上会出现黄色的斑点，二甘醇是最后出现的斑点。由于所有斑点会褪去，所以我们需要用铅笔将这些斑点圈出。比较样品斑点及二甘醇对照品斑点的 $R_f$ ，从而鉴别牙膏产品中是否存在二甘醇。

译者注：建议采用薄层浸渍设备，以有效减少浸渍时间，从而减少斑点的扩散和溶解。

## 讨论

提高TLC灵敏度的一般做法是重复点样，待第一次点样(5  $\mu$ l)溶剂挥干后，再在该斑点位置上样。通过同不同浓度二甘醇对照品斑点的亮度比较，该方法可以用于牙膏、甘油及糖浆样品中二甘醇含量的测定。此外也可用于对儿童感冒类用药（酞剂及糖浆剂）中的二甘醇检验。

译者注：建议采用半自动或全自动喷雾点样设备，可进行大体积的样品点样，同时不影响点样原点的大小。



## 参考文献

1. Alan S. Kenyon, Shi Xioye, Wang Yan, and Ng Wai Har. Journal of AOAC International Vol. 81(1), 1998, 44-50
2. USP 23, <621> Chromatography, 1777