

气相色谱质谱联用法测定伤疔膏中的乙醇含量

GCMS-066

摘要：本文建立了一种测定伤疔膏中乙醇含量的方法。以异丙醇为内标物质，应用顶空进样器AOC-5000和气相色谱质谱联用仪GCMS-QP2010 Ultra对样品进行定性和定量分析。乙醇在0.395 ~ 15.786 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内线性良好，标准曲线为 $Y=(0.1960564)X+(3.557902e-003)$ ，相关系数为0.9994。能够满足伤疔膏中乙醇分析的要求。

关键词：伤疔膏 乙醇 气相色谱-质谱联用仪 AOC-5000

药物中的残留溶剂是指在原料药或赋型剂的生产中，以及在制剂制备过程中产生或使用的有机挥发性化合物。为了保护患者免受药物中残留有机溶剂的伤害，需对药品在生产过程中引入的有机溶剂残留量进行测定。按照对人体和环境的危害，可将这些有机化合物分为4类。乙醇是第3类溶剂，该类溶剂是对人体低毒的溶剂，在无需论证的情况下，溶剂残留量低于5%是可以接受的。2010版药典中规定乙醇的含量应低于0.5%。

伤疔膏是浅棕黄色的片状橡胶膏；具薄荷及冰片的芳凉气。用于各种疔痛脓肿，静脉炎及其他皮肤创伤。

本文依据药典应用气相色谱质谱联用仪建立了伤疔膏中乙醇的检测方法。

实验部分

1.1 仪器及条件

1.1.1 自动进样器AOC-5000(顶空方式)分析条件

进样针体积：2.5 mL

进样针温度：80°C

进样针冲洗时间：2 min

样品加热温度：70°C

样品加热时间：30 min

振荡速度：250 rpm

进样量：1 mL

1.1.2 岛津GCMS-QP2010 Ultra仪器参数

进样口：200°C

进样方式：分流(分流比：5:1)

载气：He

色谱柱：RTX-624(60 m \times 0.32 mm \times 1.80 μm)

柱温：40°C(2 min) 10°C/min 120°C 40°C/min
200°C(3 min)

载气控制模式：恒线速度

线速率：40 cm/sec

离子源：200°C

接口：200°C

溶剂切除时间：2.5 min

采集方式：SIM模式；扫描离子见表1；

表1 目标物的特征离子

StartTime (min)	EndTime (min)	化合物名称	检测离子(m/z)
3	10	乙醇	31, 45, 46
		异丙醇	43, 45, 46

1.2 标准品溶液的配制：

取无水乙醇10 μL ，置于10 mL容量瓶中，用纯水定容至刻度，得到浓度为789.3 $\mu\text{g/mL}$ 的储备液，放于0 ~ 4°C冰箱中储存，使用时用纯水逐级稀释成浓度为0.3945, 0.7893, 1.578, 3.945, 7.893和15.786 $\mu\text{g/mL}$ 的工作液。

内标物质为异丙醇，配制方法同乙醇，得到浓度为785.05 $\mu\text{g/mL}$ 的内标液。

结果与讨论

2.1 标准样品色谱图及质谱图

2.1.1 乙醇标准溶液的TIC图

1.578 μg/mL标样的色谱图如图1所示。

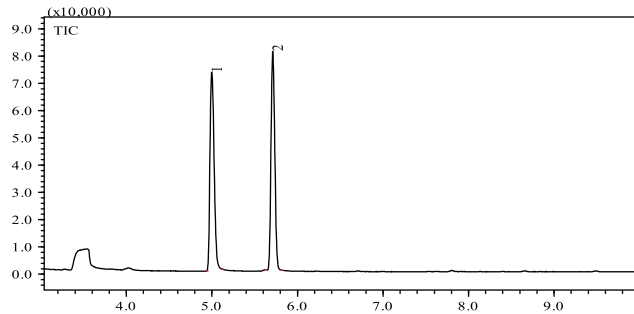


图1 标准溶液的TIC图
(1.乙醇; 2.异丙醇)

2.1.2 乙醇的标准质谱图

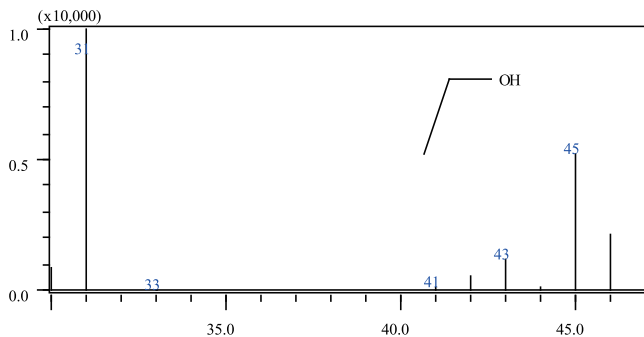


图2 乙醇的标准质谱图

2.1.3 异丙醇的标准质谱图

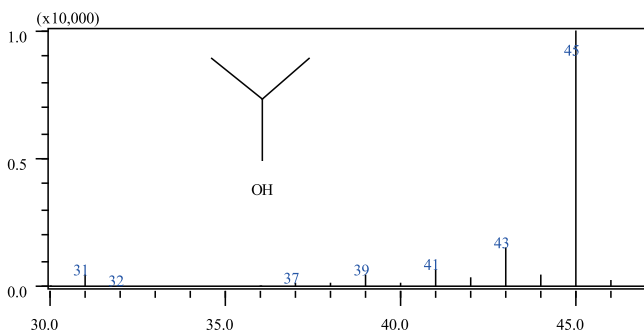


图3 异丙醇的标准质谱图

2.2 线性关系

将配制浓度为0.3945, 0.7893, 1.578, 3.945, 7.893和15.786 μg/mL的工作液按照分析条件进行测定, 以组分与内标物的浓度比值为横坐标, 峰面积比值为纵坐标绘制工作曲线 $Y=(0.1960564)X+(3.557902e^{-003})$ (见图4), 所得曲线线性关系良好, $R^2=0.9994$ 。乙醇标准品与异丙醇的浓度比值、峰面积比值结果见表2。

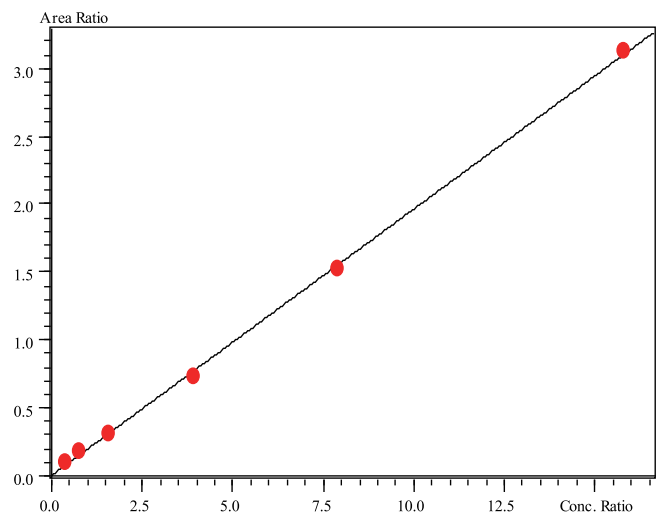


图4 乙醇的工作曲线

表2 乙醇与异丙醇的浓度比及峰面积比

Conc. ratio	Area ratio
0.3945	0.1038
0.7893	0.1823
1.578	0.3146
3.945	0.7356
7.893	1.5199
15.786	3.1225

2.3 实际样品测试

将伤疖膏样品平行取出2份, 质量分别为0.5082 g和0.5065 g。

2.3.1 一号平行伤疖膏样品TIC图见图5, 乙醇质谱图见图6。

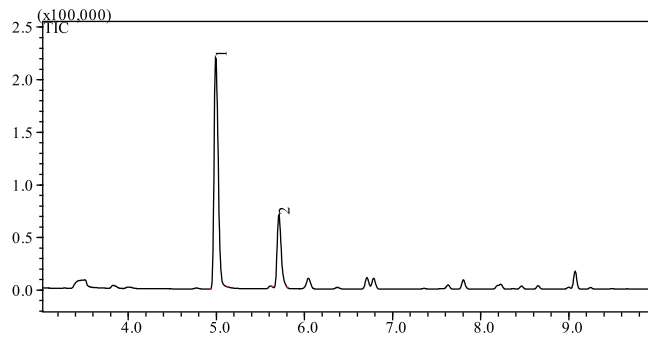


图5 伤疔膏的TIC图

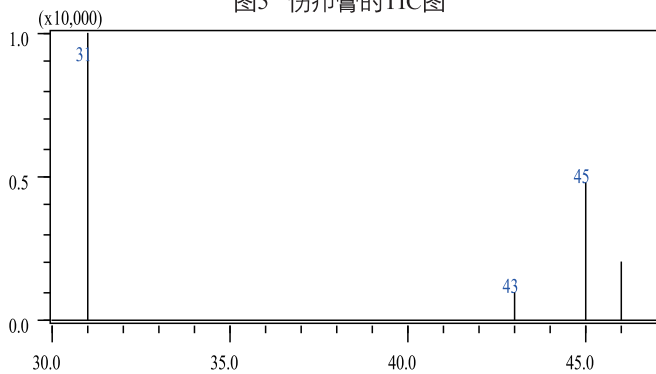


图6 乙醇SIM图

2.3.2 二号平行伤疔膏样品TIC图见图7，乙醇质谱图见图8。

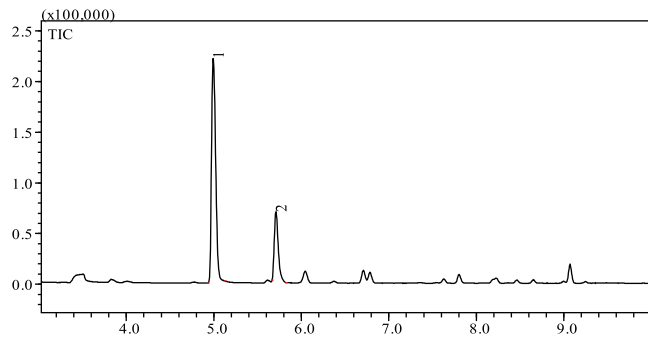


图7 伤疔膏的TIC图

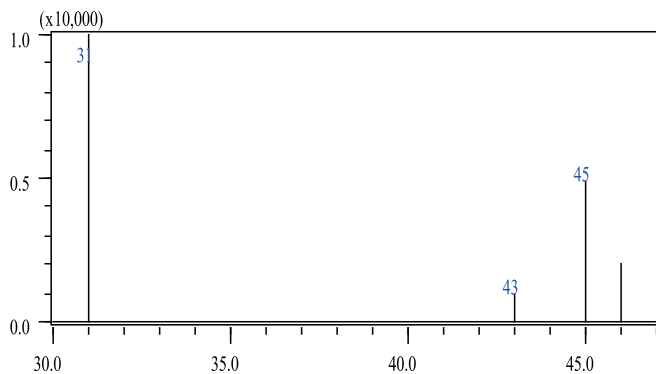


图8 乙醇SIM图

2.3.3 按照上述分析条件分析，得到伤疔膏中乙醇的检测结果见表3。

表3 伤疔膏中乙醇的含量

样品号	峰面积	乙醇含量(mg/kg)
1	405919	23.03
2	406808	23.32
平均	406363.5	23.175

结论

建立了GCMS测定伤疔膏中乙醇的方法，该方法方便、快速、准确。乙醇标准品在0.395~15.786 μg/mL浓度范围内线性良好，标准曲线为 $Y=(0.1960564)X+(3.557902e^{-003})$ ，相关系数为0.9994。平行取两份伤疔膏样品，测得乙醇含量平均值为23.175 mg/kg，满足2010版药典要求。应用AOC-5000和岛津的GCMS-QP2010 Ultra系统完全可以满足伤疔膏中乙醇的检测要求。