

GCMS 法测定环丙沙星中硫酸二甲酯含量

GCMS-367

摘要：本文利用 GCMS-QP2020 建立了环丙沙星药品中硫酸二甲酯含量的分析方法。该方法利用乙酸乙酯直接提取供试品中的硫酸二甲酯，大大简化前处理流程。同时实验结果表明：该方法线性良好；对高、中、低水平的标准溶液重复进样 6 针，保留时间和峰面积重复性良好。加标回收实验中，硫酸二甲酯回收率在 82.14~110.27% 之间，平行 3 份样品的峰面积 RSD% 值在 1.23~8.09% 之间，表明硫酸二甲酯回收及精密度良好。该方法为环丙沙星中硫酸二甲酯的检测提供很好的参考。

关键词：气相色谱质谱联用法 环丙沙星 硫酸二甲酯

环丙沙星是第三代喹诺酮类抗菌药物，具广谱抗菌活性，杀菌效果好而被广泛应用。硫酸二甲酯属高毒类物质，对眼、上呼吸道有强烈刺激作用，对皮肤有强腐蚀作用。可引起结膜充血、水肿、角膜上皮脱落，气管、支气管上皮细胞部分坏死，穿破导致纵膈或皮下气肿。此外，还可损害肝、肾及心肌等，皮肤接触后可引起灼伤，水疱及深度坏死。在有机合成中，

可作为胺类和醇类的甲基化剂，在环丙沙星的合成过程中可由原、辅料引入。

本法采用乙酸乙酯对环丙沙星药品中的硫酸二甲酯进行直接提取，前处理方法操作简单，效率高，重现性好。

本文利用 GCMS-QP2020, 通过乙酸乙酯直接提取，建立了环丙沙星中硫酸二甲酯的检测方法。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱质谱联用仪：GCMS-QP2020

1.2 分析条件

气相色谱条件：

色谱柱：SH-Rxi-5Sil MS

进样口温度：100°C

流速：1.5 mL/min

程序升温：50°C (1 min) _20°C /min_100°C (0 min) _30°C /min_280°C (1 min)

分流比：5:1

流量控制：恒流

质谱条件：

离子源温度：230°C

采集开始时间：2.5 min

采集结束时间：10.5 min

扫描模式：SIM

特征离子 (m/z)：95、66、96

1.3 标准溶液的配制

取浓度为 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 对照品溶液，以乙酸乙酯做为稀释溶剂，依次配制成 0.05、0.1、0.5、1、5、10 $\mu\text{g/mL}$ 的系列浓度，待上机分析。

1.4 样品前处理方法

精密称取供试品约 0.5g 至 20 mL 试管中，加入 5.0 mL 乙酸乙酯，涡旋 1 分钟后，过 0.45 μm 滤膜，上机分析。

■ 结果与讨论

2.1 标准品色谱图

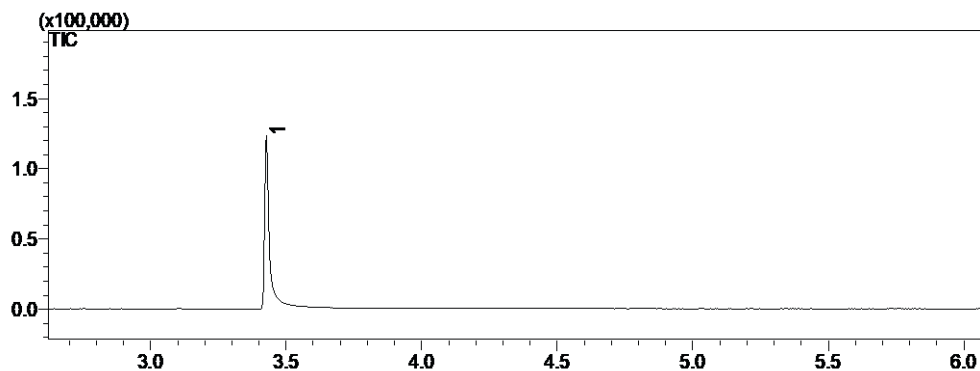


图 1 硫酸二甲酯谱图 (10 µg/mL)

表 1 硫酸二甲酯组分信息

序号	名称	英文名称	保留时间	CAS#	定量离子	定性离子
1	硫酸二甲酯	Dimethylsulfate	3.430	77-78-1	95	66、96

2.2 标准曲线

按照 1.3 配制成各浓度标准溶液，以各目标物浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，以外标法绘制标准曲线，所得校准曲线线性关系良好，线性相关系数大于 0.9995。曲线结果如下图 2、线性方程及相关系数如下表 2 所示。

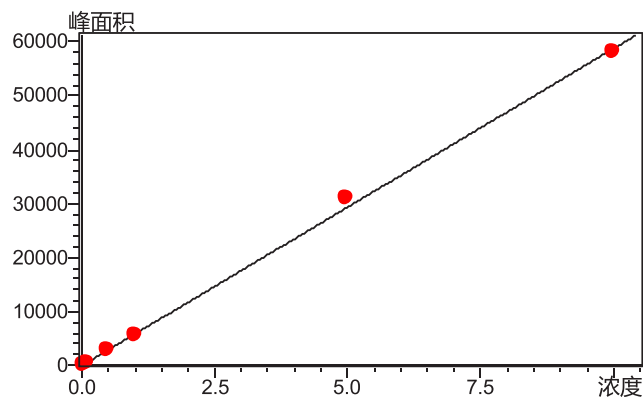


图 2 硫酸二甲酯标准曲线

表 2 校准曲线参数

序号	名称	校准曲线	相关系数 r	检测限 (µg/mL)	定量限 (µg/mL)
1	硫酸二甲酯	$Y = 5881.41X - 48.08$	0.9995	0.02	0.05

2.3 重复性考察

按照 1.3 步骤配制低、中、高三个浓度标准溶液，连续进样 6 次，考察分析方法保留时间和峰面积的重复性。结果表明：硫酸二甲酯保留时间 RSD% 均小于 1.0%，峰面积 RSD% 均小于 10.0%，方法重复性良好，仪器精密密度良好。结果见表 3。

表3 重复性测试 (n=6)

名称	RSD% (0.1 μ g/mL)		RSD% (1 μ g/mL)		RSD% (2 μ g/mL)	
	R.T.	Area	R.T.	Area	R.T.	Area
硫酸二甲酯	0.024	8.02	0.016	3.04	0.024	2.21

2.4 加标回收实验

按照 1.4 步骤中制备样品和加标样品, 三个水平加标浓度分别为 1.0、10 和 20 μ g/g, 各样品平行测定 3 次。测试结果显示: 各水平的加标回收率在 82.14~110.27% 之间, 相对标准偏差 RSD% 在 1.23~8.09% 之间。

表4 硫酸二甲酯加标实验结果 (n=3)

名称	样品浓度 (μ g/L)	加标 (1.0 μ g/g)		加标 (10 μ g/g)		加标 (20 μ g/g)	
		回收率 %	RSD%	回收率 %	RSD%	回收率 %	RSD%
原料	N.D.	92.92	2.74	87.20	3.30	101.58	2.22
成品	N.D.	89.33	8.09	104.61	4.79	103.57	1.23

备注: N.D. 表示未检出。

■ 结论

本文利用岛津 GCMS-QP2020 气相色谱质谱联用仪, 建立了一种简便、快速、准确测定环丙沙星药品中硫酸二甲酯的方法。该方法采用外标法定量, 在 0.1~10 μ g/mL 的范围内, 各组分线性相关系数均在 0.9995 以上, 线性良好。对高、中、低水平的标准溶液重复进样 6 针, 保留时间和峰面积均表现出了良好的重复性。加标回收实验中, 各物质回收率在 82.14~110.27% 之间, 平行 3 份样品的峰面积 RSD% 值在 1.23%~8.09% 之间, 回收及精密度良好。该方法操作简捷, 为环丙沙星中硫酸二甲酯的检测提供很好的参考。

岛津应用云

