

顶空 -GCMS 法测定环丙沙星中氯乙烷含量

GCMS-366

摘要：本文利用 DANI HSS 86.50 顶空进样器和 GCMS-QP2020 联用，建立了测定环丙沙星中氯乙烷含量的分析方法。实验结果表明：该方法的线性良好；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，各物质回收率在 83.74~104.03% 之间，平行 3 份样品的峰面积 RSD% 值在 1.14~3.50% 之间，表明回收及精密度良好。该方法为环丙沙星中氯乙烷的检测提供很好的参考。

关键词：气相色谱质谱联用法 顶空进样 环丙沙星 氯乙烷

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。氯乙烷主要用作四乙基铅、乙基纤维素及乙基咪唑染料等的原料。也可作烟雾剂、冷冻剂、局部麻醉剂、乙基化剂、烯烃聚合溶剂、汽油抗震剂等。还用作聚丙烯的催化剂，磷、硫、油脂、树脂、蜡等的溶剂；农药、染料、医药及其中间体的合成。

利用顶空进样技术，可以对环丙沙星原料及成品中的氯乙烷进行检测，前处理简单快捷，可以节省大量时间，提高效率。

本文利用 DANI HSS 86.50 顶空进样器和 GCMS-QP2020 联用，建立了测定环丙沙星中氯乙烷含量的分析方法，供相关人员参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱质谱联用仪：GCMS-QP2020

顶空进样器：DANI HSS 86.50

1.2 分析条件

顶空条件：

平衡温度：60°C

平衡时间：30min

定量环温度：70°C

进样体积：1mL

传输线温度：80°C

气相色谱条件：

色谱柱：SH-Rxi-624

程序升温：40°C (4min) _20°C/min_180°C (1min)

进样口温度：150°C

分流比：10:1

流速：2 mL/min

质谱条件：

离子源温度：200°C

扫描模式：全扫

采集开始时间：3.5min

扫描范围 (m/z)：20~500

采集结束时间：12min

1.3 标准溶液的配制

取溶于四氢呋喃中的 15% 氯乙烷，以三级水作为稀释溶剂，依次配制成 0.05、0.1、1、10、50、75 $\mu\text{g/mL}$ 的系列浓度，各取 5 mL 于 20 mL 顶空瓶中，加盖密封，上机分析。

1.4 样品前处理方法

精密称取供试品约 0.2 g 至 20 mL 顶空瓶中，加入 5.0 mL 三级水，密封，上机分析。

■ 结果与讨论

2.1 标准品色谱图

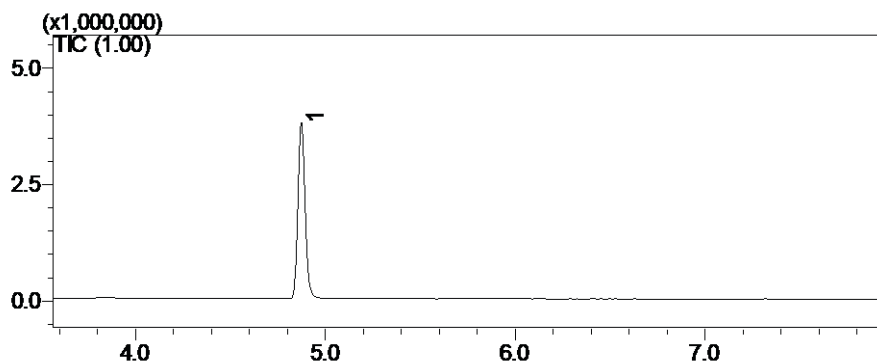


图1 氯乙烷谱图 (50 µg/mL)

表1 氯乙烷组分信息

序号	名称	英文名称	保留时间	CAS#	定量离子	定性离子
1	氯乙烷	Chloroethane	4.875	75-00-3	64	49

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 0.995。曲线结果如下图 2、线性方程及相关系数如下表 2 所示。

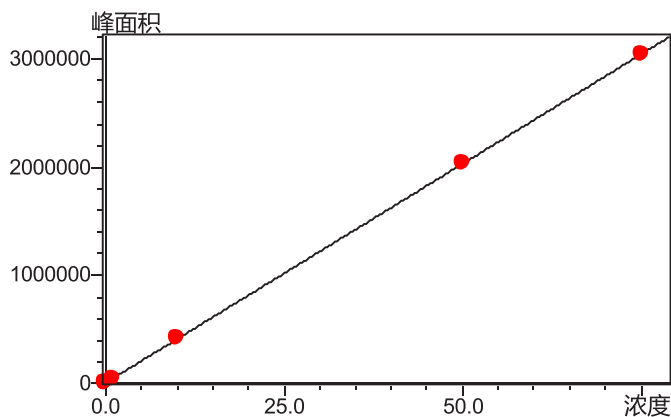


图2 氯乙烷标准曲线

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	氯乙烷	$Y = 40553.38X + 3991.37$	0.9999	0.01	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：氯乙烷保留时间 RSD% 均小于 1.0%，峰面积 RSD% 均小于 10.0%，方法重复性良好，仪器精密度良好。结果见表 3。

表3 重复性测试 (n=6)

名称	RSD% (1 μ g/mL)		RSD% (50 μ g/mL)		RSD% (75 μ g/mL)	
	R.T.	Area	R.T.	Area	R.T.	Area
氯乙烷	0.011	3.84	0.025	3.25	0.022	1.62

2.4 加标回收实验

按照1.4步骤中制备样品和加标样品,三个水平加标浓度如下表3所示,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83.74~104.03%之间,相对标准偏差RSD%在1.14~3.50%之间。

表4 加标实验结果 (n=3)

名称	样品浓度 (μ g/L)	加标 (1 μ g/mL)		加标 (50 μ g/mL)		加标 (75 μ g/mL)	
		回收率 %	RSD%	回收率 %	RSD%	回收率 %	RSD%
原料	N.D.	86.61	2.83	92.71	1.14	99.01	3.50
成品	N.D.	84.57	1.21	90.99	2.54	101.33	3.07

备注: N.D. 表示未检出。

■ 结论

本文利用 DANI HSS 86.50 顶空进样器和 GCMS-QP2020 联用,建立了一种简便、快速、准确测定环丙沙星中氯乙烷的分析方法。该方法采用外标法定量,在0.1~75 μ g/mL的范围内,各组分线性相关系数均在0.995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83.74~104.03%之间,平行3份样品的峰面积RSD%值在1.14%~3.50%之间,回收及精密度良好。该方法操作简捷,为环丙沙星中氯乙烷的检测提供很好的参考。

岛津应用云

