

GC 结合 HS-20 Trap 顶空进样器测定药品中微量环氧氯丙烷残留

GC-058

摘要：本文利用岛津公司 GC-2010 Plus 气相色谱仪结合 HS-20 Trap 型顶空自动进样器的捕集进样模式，建立了药品中微量环氧氯丙烷残留的测定方法。在标准曲线浓度范围内组分线性关系良好，相关系数 r 为 0.9999；峰面积重复性良好，RSD 为 1.30%。该方法可用于药品中环氧氯丙烷残留的快速定性定量测定。

关键词：顶空自动进样器 气相色谱仪 药品 环氧氯丙烷

环氧氯丙烷 (ECH) 别名表氯醇，是一种易挥发的无色油状液体，有类似氯仿气味，主要用于生产环氧树脂等精细化工产品，也可用于药物合成中间溶剂、纸张湿强剂、电镀光亮剂等。其摄取、吸入及皮肤吸收均有毒，且刺激性强烈，动物实验证明有潜在致癌作用。

目前，对药品中溶剂残留的控制已受到越来越多的重视。根据某药业公司内部指标，其用顶空法的限量值为 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2010 版药典中提供的药品中溶剂残留的检测方法为顶空进样和溶液直接进样。本文建立了一种利用捕集顶

空进样模式测定药品中微量溶剂残留含量的方法。岛津公司新推出的 HS-20 Trap 型顶空进样器具有两种不同的进样模式，即静态顶空模式 (Loop mode) 和捕集顶空模式 (Trap mode)。捕集顶空模式是利用电子制冷的捕集阱，将经平衡后顶空瓶上部全部挥发性组分进行多次富集浓缩，然后捕集阱快速升温后实现瞬间进样，从而得到比静态顶空模式更高的灵敏度，实现更低含量组分测定。本方法操作简单，灵敏度更高，适合于药品中极微量溶剂残留的检测。

实验部分

1.1 仪器

HS-20 Trap 顶空自动进样器 (岛津公司)

GC-2010 Plus 气相色谱仪

1.2 分析条件

HS-20 条件 (Loop 模式)：

顶空瓶平衡温度：105 $^{\circ}\text{C}$

定量环温度：115 $^{\circ}\text{C}$ ，传输线温度：120 $^{\circ}\text{C}$

平衡时间：30 min，进样时间：1 min

色谱条件：

色谱柱：Rtx-624，60 m \times 0.32 mm \times 1.8 μm

柱温程序：40 $^{\circ}\text{C}$ (10 min)_15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _200 $^{\circ}\text{C}$ (2 min)

载气控制方式：恒线速度 (35.0 cm/sec)

进样方式：分流进样，分流比 5:1

FID 温度：250 $^{\circ}\text{C}$

HS-20 条件 (Trap 模式)：

顶空瓶平衡温度：105 $^{\circ}\text{C}$

定量环温度：115 $^{\circ}\text{C}$ ，传输线温度：120 $^{\circ}\text{C}$

平衡时间：30 min，进样时间：1 min

Trap 次数：2 次

色谱条件：

色谱柱：Rtx-624，60 m \times 0.32 mm \times 1.8 μm

柱温程序：40 $^{\circ}\text{C}$ (10 min)_10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _200 $^{\circ}\text{C}$ (10 min)

载气控制方式：恒线速度 (35.0 cm/sec)

进样方式：分流进样，分流比 10:1

FID 温度：250 $^{\circ}\text{C}$

1.3 样品前处理

精密称取 0.2 g 药品样品，加入 5 mL DMSO 后密封，待测。

结果讨论

2.1 标准谱图

环氧氯丙烷标准谱图 (Loop mode) 如图 1 所示。

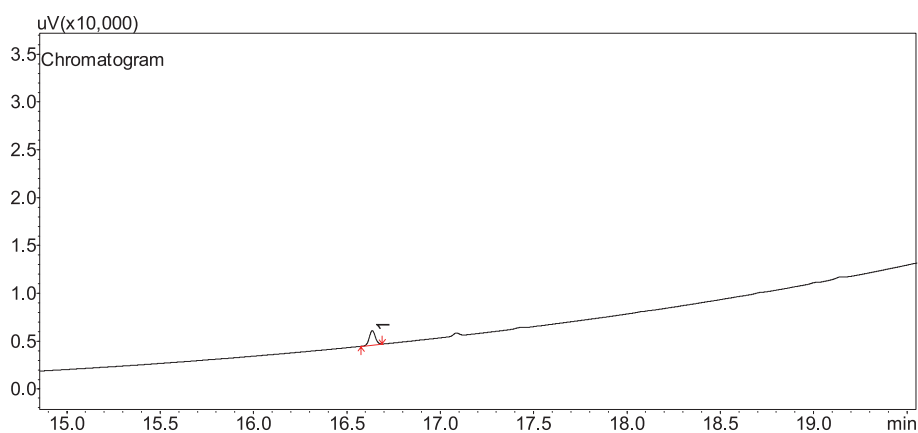


图1 环氧氯丙烷标准溶液色谱图(0.2 μ g/mL)

表1 环氧氯丙烷组分保留时间

No.	保留时间(min)	化合物	英文名称	CAS#	峰面积
1	16.636	环氧氯丙烷	ECH	106-89-8	3385

环氧氯丙烷标准谱图 (Trap mode) 如图 2 所示。

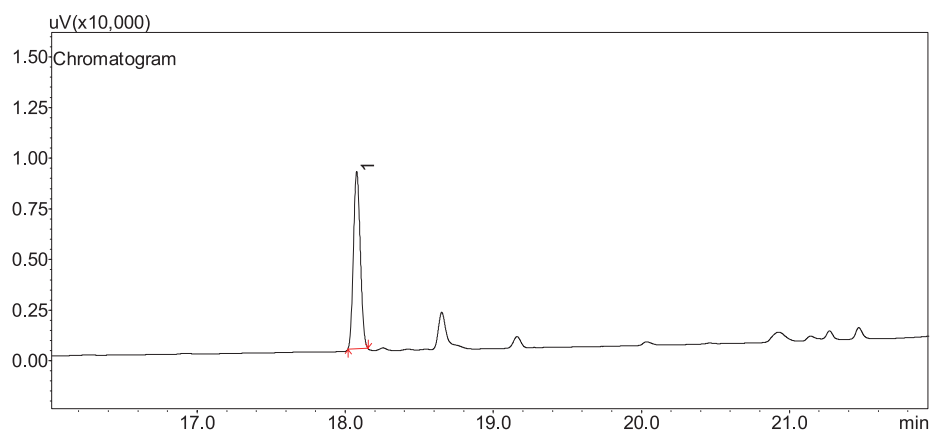


图2 环氧氯丙烷标准溶液色谱图(0.2 μ g/mL)

表2 环氧氯丙烷组分保留时间

No.	保留时间(min)	化合物	英文名称	CAS#	峰面积
1	18.077	环氧氯丙烷	ECH	106-89-8	28163

2.2 标准曲线 (Trap mode)

使用 DMSO 配制环氧氯丙烷标准系列，浓度分别为 0.2、1.0、2.0、10.0、20.0 μ g/mL，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，制作标准曲线，如下图 3 所示。

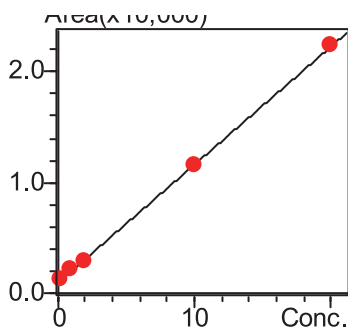


图3 标准曲线

表3 组分相关系数及检出限

No.	名称	相关系数	检出限($\mu\text{g/mL}$)
1	环氧氯丙烷	0.9999	0.097

2.3 重复性测试 (Trap mode)

0.2 $\mu\text{g/L}$ 环氧氯丙烷标准溶液连续进样 5 针, 计算峰面积 RSD% 以考察仪器重复性, 结果如表 4 所示。

表4 各组分检出限及峰面积重复性(n=5)

No.	峰面积1	峰面积2	峰面积3	峰面积4	峰面积5	RSD%
1	28163	28082	27580	28127	28612	1.30

2.4 样品测试结果

将环氧氯丙烷标准溶液添加到药品样品中, 按照样品前处理方法制备, 样品中加标浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 。样品加标回收率结果见表 5。

表5 样品测试结果及加标回收率

No.	化合物名称	药品		
		检测结果 ($\mu\text{g/g}$)	回收率%	RSD% (n=3)
1	环氧氯丙烷	1.3	99.57	1.87

结论

采用岛津公司气相色谱仪 (GC-2010 Plus) 结合 HS-20 Trap 顶空进样器分析药品中微量环氧氯丙烷, 比较顶空进样器的两种进样模式下的灵敏度, 采用捕集模式 (Trap mode) 进样具有比静态顶空模式 (Loop mode) 更高的灵敏度。方法操作简单, 在 0.2~20.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准曲线范围内线性良好, 样品加标回收率为 99.57%。本方法可以用于药品中微量环氧氯丙烷的定性定量检测。