

# GCMS 法测定双环醇中硫酸二甲酯含量

## GCMS-565

**摘要：**本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪建立了双环醇中硫酸二甲酯含量的检测方法。样品经溶剂稀释后，采用 GCMS 进样分析，以选择离子方式（SIM）进行采集，外标法定量。结果表明，在 0.06~0.30  $\mu\text{g/mL}$  浓度范围内，硫酸二甲酯的线性良好，相关系数在 0.999。取 0.15  $\mu\text{g/mL}$  标准溶液，考察重复性，硫酸二甲酯峰面积的相对标准偏差（RSD%）为 1.03%，重复性良好。该方法简单方便，定量数据准确可靠，能够有效的测定双环醇中硫酸二甲酯含量。

**关键词：**气相色谱质谱联用仪 双环醇 硫酸二甲酯

### 技术特点：

- ❖ 样品经溶剂稀释定容，前处理简单，可操作性强。
- ❖ 采用 SIM 方式采集，能有效去除杂质干扰，检测灵敏度高。

双环醇是中国医学科学院药物研究所研制的首个具有自主知识产权的国家一类抗肝炎新药，其结构新颖、生物利用度高、临床疗效显著，已获得美国、欧盟、日本、韩国等 15 个国家和中国台湾地区物质发明专利，其在 2006 年获得了国家科学技术进步二等奖。

双环醇药理作用机制新颖，具有多环节综合药效。对肝损伤机制不同的多种动物模型均能明显降低血清转氨酶，减轻肝脏病理损伤并具有一定的抗肝炎病毒作用；可明显防治实验性肝纤维化；预防致癌物诱发的肝癌。双环醇治疗期间，安全性好，无明显毒副作用，服用方便，可为广大病人所接受，具有广阔的应用前

景。双环醇在合成过程中用到硫酸二甲酯对中间产物进行甲基化，得到最终产物。

硫酸二甲酯通常简称为 DMS，是一种无色油状液体，是一种强大的甲基化试剂，是极高毒性物品，对呼吸系统黏膜和皮肤有强烈的刺激和腐蚀作用，影响神经系统和血液系统。

本文参考《中国药典》2020 版四部通则 0431（GCMS 法），使用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了双环醇中硫酸二甲酯含量测定方法，该方法简单可靠，可为相关工作者提供依据。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

GCMS-QP2020 NX 气相色谱质谱联用仪

### 1.2 分析条件：

色 谱 柱：Rtx-624, 30 m $\times$ 0.32 mm $\times$  0.18  $\mu\text{m}$

柱 温 程 序：100 $^{\circ}\text{C}$  (3 min) $_20^{\circ}\text{C}/\text{min}_240^{\circ}\text{C}$  (1 min)

进 样 口 温 度：240 $^{\circ}\text{C}$

离子化方式：EI

载气控制方式：恒流

离子源温度：230 $^{\circ}\text{C}$

色 谱 柱 流 量：2 mL/min

接 口 温 度：240 $^{\circ}\text{C}$

进 样 方 式：不分流进样

检测器电压：相对于调谐结果 +0.1 kV

进 样 量：1  $\mu\text{L}$

采 集 方 式：SIM 模式，化合物信息见表 1。

### 1.3 样品前处理

精密称取样品，加乙腈溶解并稀释制成每 1 mL 中含 1 mg 的溶液，作为供试品溶液。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准品色谱图

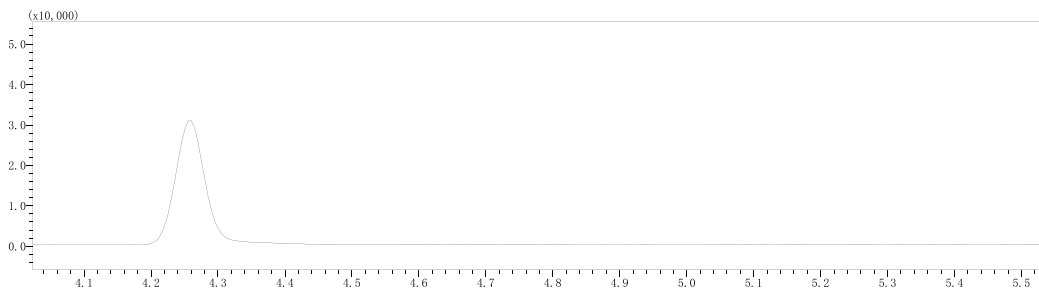


图 1 硫酸二甲酯色谱图 (0.3 µg/mL)

表 1 化合物的名称、保留时间和选择离子

No.	化合物名称	保留时间 (min)	CAS 号	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	硫酸二甲酯	4.259	77-78-1	95	96、66

### 2.2 校准曲线与检出限

分别取适量的对照品溶液用乙腈配制成浓度为 0.06、0.075、0.12、0.15、0.24、0.30 µg/mL 的标准溶液，上机 GCMS 分析。以浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，建立标准曲线。硫酸二甲酯标准曲线见图 3，线性相关系数见表 2。以浓度为 0.06 µg/mL 的标准溶液结果计算检出限 (S/N=3)，检出限结果见表 2。

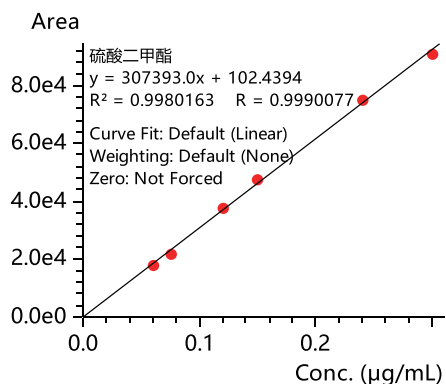


图 2 硫酸二甲酯标准曲线

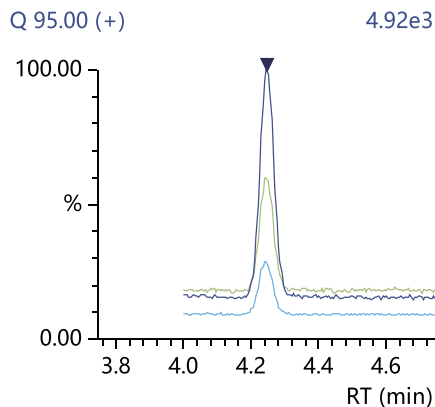


图 3 硫酸二甲酯质量色谱图 (0.06 µg/mL)

表 2 硫酸二甲酯线性相关系数和检出限

No.	化合物名称	相关系数 R	检出限 (µg/L)
1	硫酸二甲酯	0.999	0.72

### 2.3 重复性结果

以浓度为 0.15 µg/mL 的标准溶液，连续进样 6 次，考察重复性，测定结果见表 3。

表3 重复性实验结果 (n=6)

No	化合物名称	峰面积						RSD(%)
		1	2	3	4	5	6	
1	硫酸二甲酯	52247	51800	52243	51655	51317	50881	1.03

## 2.4 样品测试结果及回收率考察

取3个样品待测溶液上机检测,结果如图4表示。样品测定结果见表4。

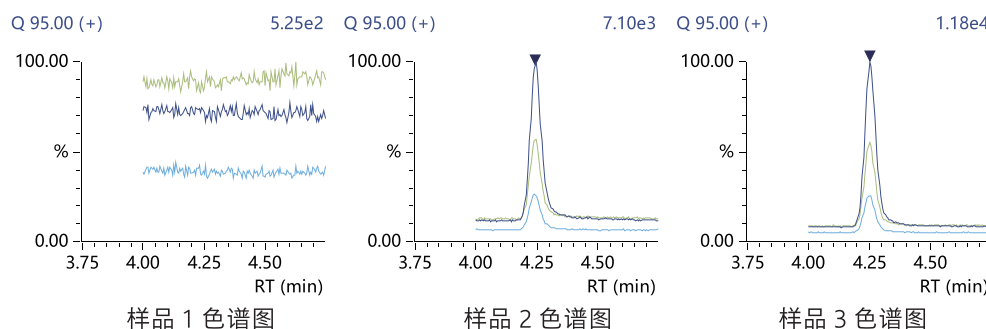


图4 样品测试色谱图

表4 样品测试结果

No	化合物名称	样品1 (μg/kg)	样品2 (μg/kg)	样品3 (μg/kg)
1	硫酸二甲酯	N.D.	370	500

注: N.D. 表示未检出

以上述样品1为基质样品,进行加标回收率试验,添加300、600、750 μg/kg三个浓度,加标回收率结果见表5。

表5 回收率结果

No	样品含量 (μg/kg)	添加浓度 (μg/kg)	测定值 (μg/kg)	回收率 (%)
1		300	330	110.00
2	N.D.	600	530	88.33
3		750	680	90.67

注: N.D. 表示未检出

## ■ 结论

本文采用岛津 GCMS-QP2020 NX 气相色谱质谱联用仪,参考《中国药典》2020 版四部通则 0431 (GCMS 法),建立了双环醇中硫酸二甲酯含量的检测方法。在 0.06~0.30 μg/mL 浓度范围内,硫酸二甲酯的线性良好,相关系数 R 为 0.999。取 0.15 μg/mL 标准溶液,考察重复性,硫酸二甲酯峰面积的相对标准偏差 (RSD%) 为 1.03%。对样品进行不同浓度加标,加标回收率为 88%~110% 之间,回收率良好。该方法操作简单,检测限低,可为双环醇中硫酸二甲酯含量测定提供参考。

岛津应用云

