

# 地塞米松磷酸钠残留溶剂的分析

蔡赛微

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江 温岭 317500)

**摘要:** 取样品 0.5g 置于顶空瓶中, 再精密量取的内标溶液 5ml, 摇匀, 密封。在一定的温度下, 顶空瓶内样品中的甲醇、乙醇、丙酮向液上空间挥发, 在气液两相达到热力学动态平衡。气相中的甲醇、乙醇、丙酮经色谱柱分离, 用氢火焰检测器检测, 以保留时间定性, 单点内标法定量。

**关键词:** 地塞米松磷酸钠;残留

## 1 参考标准

参照《中国药典 2020 年版 0861 残留溶剂测定法第一法》

## 2 试剂和材料

### 2.1 试剂

2.1.1 正丙醇: 分析纯

2.1.2 水: 纯净水

2.1.3 甲醇: 分析纯

2.1.4 乙醇: 分析纯

2.1.5 丙酮: 分析纯

### 2.2 仪器设备

2.2.1 福立 GC9720Plus 气相色谱仪, 附宽量程氢火焰检测器 (FID)

2.2.2 HS 930 全自动顶空进样器

2.2.3 RBX-624/30m\*0.32mm\*1.8um

## 3 溶液配制

### 3.1 内标溶液的配制

取正丙醇, 用水稀释制成 0.02% (ml/ml) 的溶液

### 3.2 样品溶液配制

取样品 0.5g 置于顶空瓶中, 再精密量取的内标溶液 5ml, 摇匀, 密封

### 3.3 对照品溶液的配制

精密称取甲醇 0.1513g，乙醇 0.2508g 与丙酮 0.2498g，置 50ml 量瓶中，用内标溶液稀释至刻度，摇匀；精密量取 5ml，置 50ml 量瓶中，用内标溶液稀释至刻度，摇匀，精密量取 5ml，置顶空瓶中，密封

## 4 测定

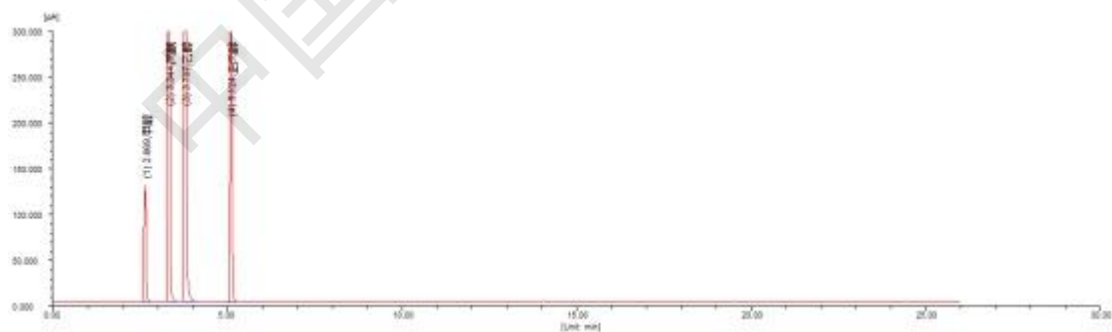
### 4.1 顶空条件

- (1) 加热箱温度：90°C；
- (2) 取样针温度：100°C；
- (3) 阀箱温度：110°C；
- (4) 传输管温度：120°C；
- (5) 加热时间：60min。

### 4.2 色谱条件

- (1) 进样口：250°C；
- (2) 柱温：40°C，以 5°C/min 升至 120°C，保持 10min；
- (3) 检测器：240°C；
- (4) 恒流：2mL/min；
- (5) 分流比：5:1；
- (6) 进样量：1mL。

### 4.3 典型谱图



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	甲醇	2.669	0.070	127546.9	551382.8	5.0205	5.0205
2	丙酮	3.344	0.059	553063.1	2047967.6	18.6472	18.6472
3	乙醇	3.797	0.053	2085308.1	7135176.1	64.9673	64.9673
4	正丙醇	5.124	0.052	372442.2	1248195.2	11.3651	11.3651
			总计:	3138360.1	10982721.9	100.0000	100.0000

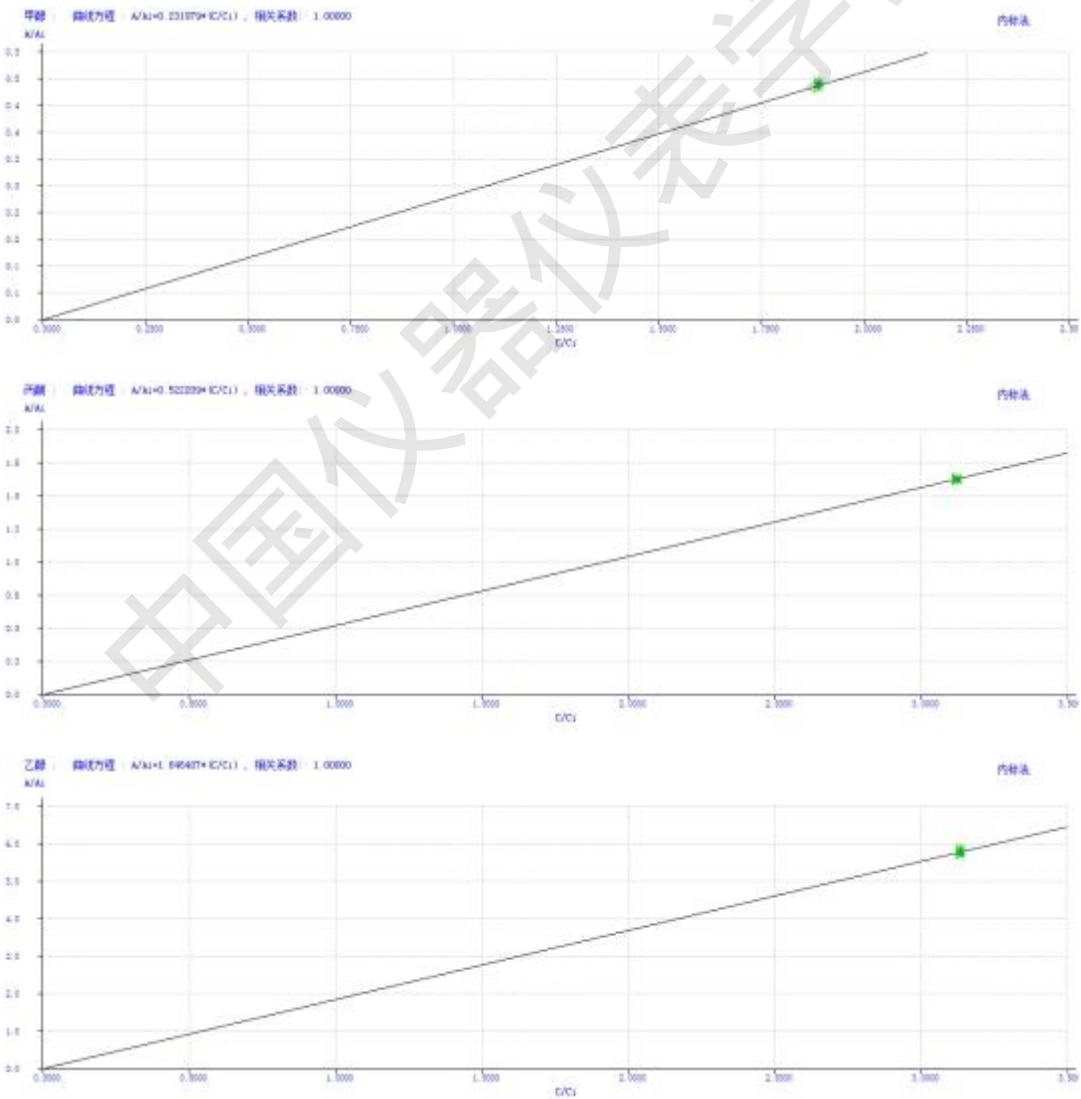
图 1 对照品谱图

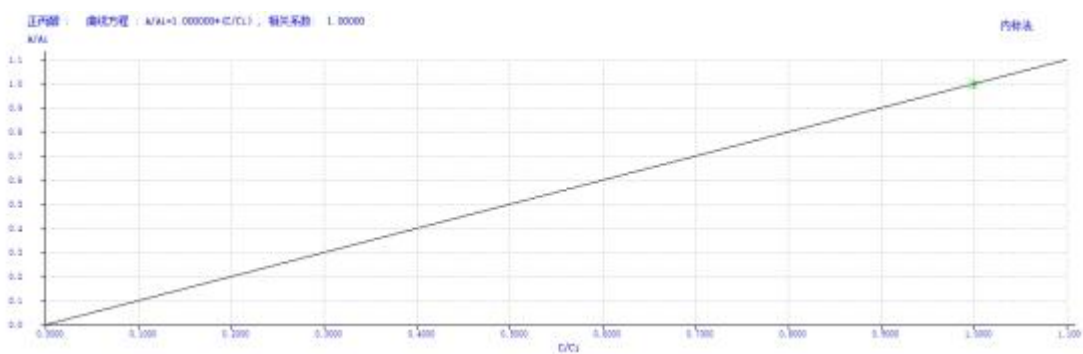
#### 4.4 对照品连续 6 针重复性实验



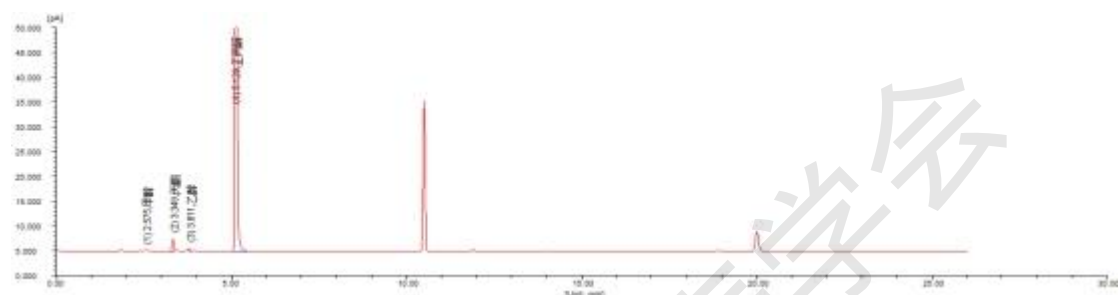
图 2 对照品重复性谱图

#### 5.5 标准曲线



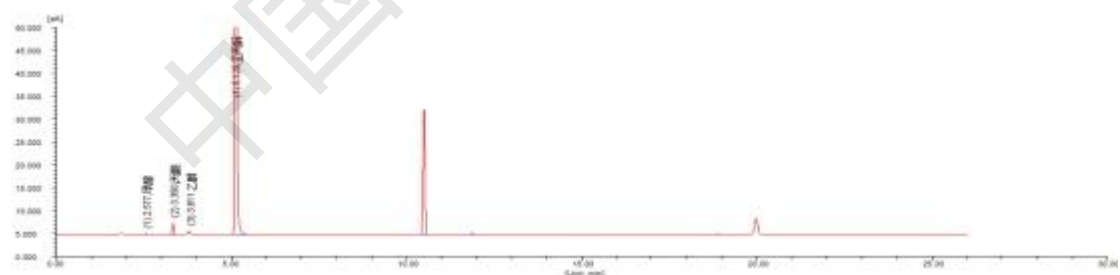


## 5.6 样品两针典型谱图及分析结果



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/kg]
1	甲醇	2.575	0.061	171.5	639.6	0.0502	3.5016
2	丙酮	3.349	0.063	2614.1	10417.9	0.8185	25.3377
3	乙醇	3.811	0.053	626.4	2055.0	0.1614	1.4135
4	正丙醇	5.129	0.053	366564.1	1259766.7	98.9699	
总计:				369976.2	1272879.1	100.0000	30.2528

峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	容量因子	理论塔板数	理论塔板数/米	有效塔板数/米	分离度	拖尾因子
1	甲醇	2.575	0.061	0.000	9978	0	0	6.454	1.000
2	丙酮	3.349	0.063	0.000	15487	0	0	7.349	1.152
3	乙醇	3.811	0.053	0.000	28639	0	0	4.676	0.924
4	正丙醇	5.129	0.053	0.000	51876	0	0	14.033	1.061



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/kg]
1	甲醇	2.577	0.055	171.1	573.9	0.0526	3.6658
2	丙酮	3.350	0.058	2517.3	9257.5	0.8480	26.2683
3	乙醇	3.811	0.050	670.9	2086.2	0.1911	1.6742
4	正丙醇	5.125	0.052	323234.0	1079788.3	98.9083	
总计:				326593.4	1091705.9	100.0000	31.6082

峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	容量因子	理论塔板数	理论塔板数/米	有效塔板数/米	分离度	拖尾因子
1	甲醇	2.577	0.055	0.000	12013	0	0	0.000	0.878
2	丙酮	3.350	0.058	0.000	18267	0	0	8.007	1.083
3	乙醇	3.811	0.050	0.000	32178	0	0	5.010	0.947
4	正丙醇	5.125	0.052	0.000	54510	0	0	15.221	1.062

说明：样品中的残留甲醇、乙醇、丙酮含量均未超出限量。

中国仪器仪表学会