

ISQ7610 GC/MS测定眼药水包材中浸出物环己酮

朱薇

赛默飞世尔科技（中国）有限公司

关键词：眼药水，浸出物，环己酮，GCMS

引言

作为医疗器械和药品生产不可缺少的环节之一，药包材对药品的质量起着十分重要的作用，随着法规监管审查力度的不断增加，可提取物和浸出物的研究日益受到全球医药行业的重视^[1]。眼用液体制剂在使用时会直接接触人体组织，且眼用液体制剂与其包材发生作用的可能性较高^[2]，因此眼用液体制剂包材的相容性研究一直备受关注。

环己酮是重要的化工原料，被广泛用作粘接剂用于PVC塑料的生产。环己酮对眼睛、黏膜有刺激作用。部分眼药水包材生产工艺中可能引入环己酮，快速检测眼用制剂包材浸出物环己酮对眼用液体制剂的质量控制具有重要意义。

本文利用Thermo Scientific™ ISQ7610气相色谱质谱联用仪建立了眼用液体制剂包材中浸出物环己酮的定量分析方法。本方法具有操作简单，灵敏度好，重现性与回收率佳的特点，可为相关领域人员提供参考。

实验部分

仪器与耗材

Thermo Scientific™ TRACE 1610 气相色谱仪，配分流不分流进样口

Thermo Scientific™ TriPlus RSH Smart自动进样器

Thermo Scientific™ ISQ7610单杆质谱仪

Thermo Scientific™ Chromeleon™ 7.3.1数据处理系统

Thermo Scientific™ TG-5SILMS (30 m×0.25 mm×0.25 μm, PN: 26096-1420)

Thermo Scientific™ LInerGOLD™ GC 衬管 (PN: 453A1335-UI)

Thermo Scientific™ 20mL螺口顶空瓶 (PN: 6ASV20-1)

Thermo Scientific™ 18mm 磁性螺纹盖 (PN: C4020-47)



赛默飞ISQ7610气质联用仪

仪器参数

顶空进样参数：

平衡温度：80°C

平衡时间：40 min

GCMS参数：

升温程序：初温40°C (1min)，以20°C/min升温至120°C，50°C/min升温250°C (5 min)，共12.6 min

进样口：200°C；分流进样，分流比20:1；氦气为载气，恒流控制模式，柱流速：1.2 mL/min

质谱：传输线温度：250°C；离子源温度：280°C；Full Scan扫描模式，扫描范围：m/z=35-250

样品制备

准确移取0.1 mL眼药水于顶空瓶中密封待测。

工作曲线的制备

以水为溶剂将环己酮标准品配置成1.365 $\mu\text{g/mL}$ 、1.820 $\mu\text{g/mL}$ 、2.275 $\mu\text{g/mL}$ 、4.550 $\mu\text{g/mL}$ 、9.100 $\mu\text{g/mL}$ 、13.65 $\mu\text{g/mL}$ 、18.20 $\mu\text{g/mL}$ 、22.75 $\mu\text{g/mL}$ 浓度的标准曲线系列。分别准确移取0.1 mL于顶空瓶中待测。

结果与讨论

标准品色谱图

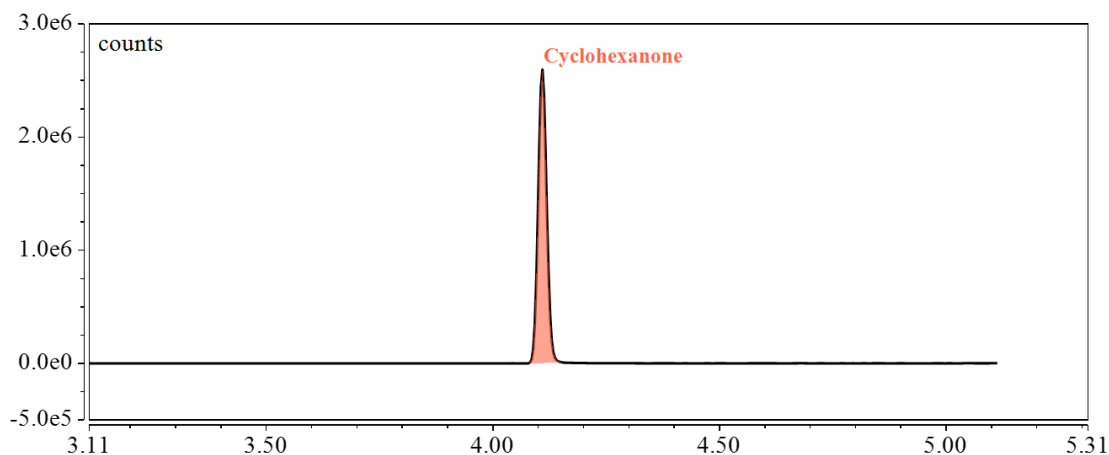


图1 标准溶液定量色谱图 (22.75 $\mu\text{g/mL}$)

线性、回收率、重复性及检出限结果

采用上述仪器方法采集标准曲线数据。以S/N=3对应浓度为检出限，对1.365 $\mu\text{g/mL}$ 浓度重复进样6次，计算峰面积RSD，对2.275 $\mu\text{g/mL}$ 浓度水平加标回收率结果见表1。

表1 方法学数据

化合物	线性相关系数 R^2	检出限 ($\mu\text{g/mL}$)	重复性 RSD(%)	样品测试结果 ($\mu\text{g/mL}$)	加标测试结果 ($\mu\text{g/mL}$)	加标回收率 (%)
环己酮	0.9999	0.13	2.06	2.964	5.313	103.2

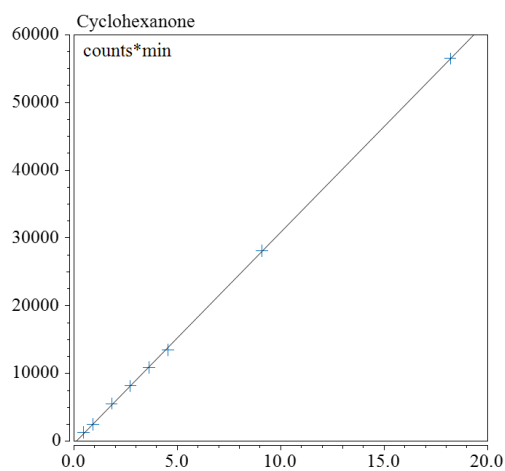


图2 标准曲线

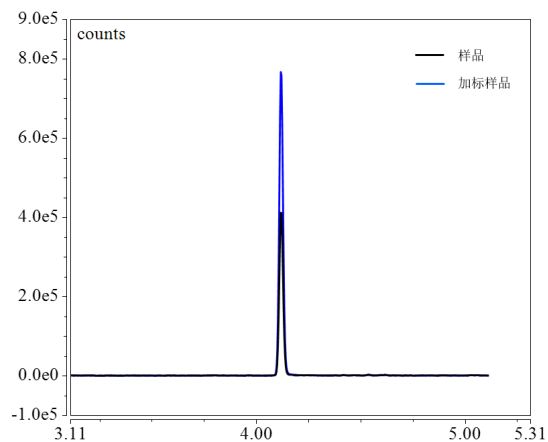


图3 样品和加标样品对比谱图

总结

综上所述，本文开发了一种用于眼药水包材中浸出物环己酮定量分析的方法。结果表明：在1.365 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~22.75 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内，线性相关系数 R^2 大于0.9999，回收率103%，重复性良好，可为相关领域人员提供参考。

参考文献

- [1] 化学药品与弹性体密封件相容性研究技术指导原则（试行）
（国家药品监督管理局通告2018年第14号）
- [2] 佚名. 国家药包材标准[M]. 中国医药科技出版社, 2015.



赛默飞
官方微信

热线 800 810 5118
电话 400 650 5118
www.thermofisher.com

thermo scientific