

# 气相色谱法测定葡萄糖酸依诺沙星中乙醇残留量

麦曦, 廖一静, 刘超 (江西医学院药理学系, 江西 南昌 330006)

**摘要:**目的 建立葡萄糖酸依诺沙星中乙醇残留量的测定方法。方法 分析柱为 3 mm × 2 m PEG-20 M 色谱柱, 载气为 N<sub>2</sub>, 载气流速 10.5 ml/min, 检测器为 FID, 柱温 80 °C, 进样器温度 140 °C, 检测器温度 140 °C。结果 乙醇在 0.1002 ~ 0.9019 mg·mL<sup>-1</sup> 浓度范围内, 线性关系良好,  $r = 0.9998$ ; 最低检测限为 4.3 ng, 回收率为 99.22% ( $RSD = 0.62\%$ )。结论 本法简便, 灵敏, 快速, 准确。

**关键词:** 气相色谱; 葡萄糖酸依诺沙星; 乙醇; 残留量

中图分类号: R917.101 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2003)06-0505-02

## Determination of alcohol residue in enoxacin gluconate by gas chromatography

MAI Xi, LIAO Yi-jing, LIU Chao (Pharmaceutical Department of Jiang Xi Medical University, Nanchang 330006, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE** To establish a method for the determination of alcohol residue in enoxacin gluconate by GC. **METHOD**

A PEG-20 M column was used at 80 °C. N<sub>2</sub> was used as carrier gas at a flow rate of 10.5 ml/min and the detector was FID. Both injection and detector were used at 140 °C. **RESULTS** Alcohol shows good linearity in the range of 0.1002 ~ 0.9019 mg·mL<sup>-1</sup> in sample solution and the correlation coefficient was 0.9998. The least detective limit was 4.3 ng. Recovery rate was 99.22% ( $RSD =$

0.62%) . CONCLUSION The proposed method is simple , sensitive rapid and accurate .

KEY WORDS :GC ;enoxacin gluconate ;alcohol ;residue

葡萄糖酸依诺沙星系氟喹诺酮类抗菌药,具有抗菌谱广,杀菌力强,药代动力学优越,疗效高,不良反应少等特点,临床应用范围广。由于生产过程中采用了乙醇进行重结晶,且其临床用途为静脉滴注用注射剂,有必要对乙醇残留量进行检查。本文采用气相色谱法检查乙醇残留量,方法简便,灵敏,快速,准确。

### 1 仪器与试剂

GC122 型气相色谱仪,乙醇为色谱纯(做对照品用),水为无有机物蒸馏水;所用试剂经气相色谱法检测,对测定无干扰。葡萄糖酸依诺沙星供试品由有关厂家提供。

### 2 色谱条件

色谱柱:3 mm × 2 m PEG-20 M 色谱柱。载气类型: N<sub>2</sub>, 载气流速:10.5 ml/min。检测器:FID,灵敏度为 10<sup>9</sup>。柱温:80 °C,进样器温度:140 °C,检测器温度:140 °C。理论塔板数

按乙醇峰计算不低于 1000。

### 3 试验与结果

#### 3.1 溶液的制备

3.1.1 对照溶液的制备 取无水乙醇适量,精密称定,加无有机物的水稀释制成每 1 mL 中约含 10 mg 乙醇的储备液,精密量取此储备液适量,加无有机物的水稀释制成每 1 mL 中约含 0.5 mg 乙醇的溶液。

3.1.2 供试品溶液的制备 取葡萄糖酸依诺沙星约 5g,精密称定,置 50 mL 量瓶中,用无有机物的水稀释至刻度,制成每 1 mL 中约含 0.1g 的供试品溶液,摇匀。

#### 3.2 测定方法

分别精密量取上述对照溶液与供试品溶液各 10 μL 注入气相色谱仪,记录色谱图,按外标法以峰面积计算(图 1)。

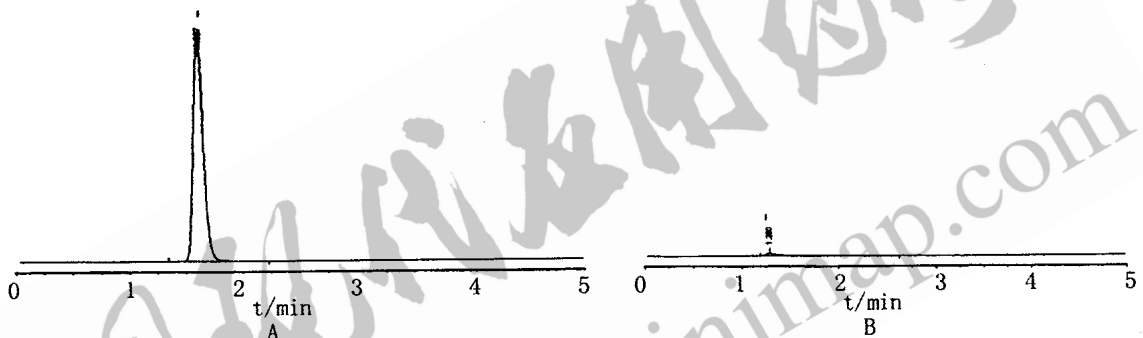


图 1 乙醇残留量检查色谱图

Fig 1 GC chromatograms for test alcohol residue

A. 对照品(reference substance); B. 样品(sample); 1. 乙醇(alcohol 1.2 min)

#### 3.3 线性关系考察

精密称取无水乙醇对照品 1.0021 g,置 100 mL 量瓶中,加无有机物的水稀释至刻度,摇匀,作为线性储备液。精密量取线性储备液 1, 3, 5, 7, 9 mL 分别置 100 mL 量瓶中,加无有机物的水稀释至刻度,摇匀,其浓度分别为 0.1002, 0.3006, 0.5011, 0.7015, 0.9019 mg · mL<sup>-1</sup>,分别取上述各线性溶液 10 μL 注入气相色谱仪,每个浓度测定 3 次,以其平均峰面积为纵坐标,浓度为横坐标,计算回归方程为: A = 942485 C - 5215.1 r = 0.999 8。结果表明:当乙醇浓度在 0.1002 ~ 0.9019 mg · mL<sup>-1</sup> 范围内,线性关系良好。

#### 3.4 系统重复性试验

取 3.2 项下线性溶液 ③,进样 10 μL,记录色谱图。重复测定 6 次,结果平均峰面积为 444095,峰面积的 RSD = 1.3%。试验结果表明:此方法重复性好,精密度良好。

#### 3.5 检测限的测定

以信噪比为 3:1 计,测得乙醇的最低检出量为 4.3 ng。

#### 3.6 回收率试验

取已测定有机残留量的葡萄糖酸依诺沙星溶液 9 份各

置 10 mL 量瓶中,分为 3 组,各 3 份。每组分别精密加入 3.2 项下线性储备液 0.4, 0.5, 0.6 mL,加无有机物的水稀释至刻度,摇匀。各精密量取 10 μL 进样,按外标法计算高、中、低浓度的回收率分别为 99.69%, 98.97%, 99.00%; RSD 分别为 0.47%, 0.77%, 0.48%, n = 3。3 个浓度水平的回收率平均值为 99.22% (n = 9)。试验结果表明,此方法准确、可靠。

#### 3.7 样品测定

取三批样品各按测定方法项下方法测定,测定结果如下:批号 20020501 样品的乙醇残留量为 0.015%;批号 20020502 样品的乙醇残留量为 0.017%;批号 20020503 样品的乙醇残留量为 0.016%。

### 4 讨论

因乙醇属于三类溶剂,ICH 对此类溶剂的限量规定为 0.5%,本品中乙醇的含量远低于此限量规定,因此暂不将乙醇的残留量检查订入质量标准,而作为本品的内控标准检查项目。

收稿日期:2003-01-24