**枸橼酸三乙酯中硫酸二乙酯测定方法**

**硫酸二乙酯** 取本品约125mg，精密称定，置25ml量瓶中，加正己烷溶解并稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；取硫酸二乙酯适量，精密称定，加正己烷溶解并稀释制成每1ml中约含硫酸二乙酯0.025、0.05、0.1、0.25、0.5、1.0μg的溶液，作为标准曲线系列溶液。照质谱法（中国药典2020年版通则0431）测定，采用气相色谱-质谱联用进样系统，以（6%）氰丙基苯基-（94%）二甲基聚硅氧烷（或极性相近）为固定液；起始温度为65℃，维持4分钟，以每分钟15℃的速率升温至250℃，维持10分钟；进样口温度250℃，载气为氦气，流速为每分钟1.5ml。离子源为电子轰击离子源，离子源温度为250℃，MS传输线温度为280℃，扫描模式为SIM；质量分析器为四极杆分析器，四极杆温度为150℃，溶剂延迟8分钟，采集时间到12分钟，目标离子的m/z为139。精密量取供试品溶液与标准曲线系列溶液各0.5μl，直接进样，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，含硫酸二乙酯不得过0.0074%。