

鱼腥草注射液中甲基正壬酮测定应用方案

1、前言

鱼腥草注射液是取鱼腥草 2000g, 水蒸气蒸馏, 收集初馏液 2000ml, 再进行重蒸馏, 收集重蒸馏液内 1000ml, 加入 7g 氯化纳及 2.5g 聚山梨酯-80, 混匀, 加注射用水使成 1000ml, 滤过, 灭菌, 即得, 通常采用气相色谱检测, 本方法参考药典中鱼腥草注射液, 测定 鱼腥草注射液中甲基正壬酮的含量。



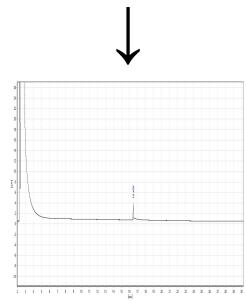


2、检测流程

样品萃取,进样



样品分析



样品结果





3、配置

名称	数量
GC1290 主机	1台
毛细管进样口	1 个
FID 检测器	1套
色谱工作站	1套
毛细管色谱柱 DB-17	1 根
(30m*0.25mm*0.25 μ m)	
氢气发生器(SPH-300)	1 台
空气发生器(SPB-3)	1台
氮气钢瓶 (带减压阀)	1 瓶
进样针	1 根
甲基正壬酮标样	1 并瓦

4、分析条件和结果

4.1样品萃取条件

取样品 60ml,加入 5ml 环己烷进行萃取,2 小时后取上层液体过滤,即得,进样体积为 2ul

4.2 色谱条件

进样口: 250℃; 柱温: 75℃ (5min) -5℃/min-150℃ (5min) -10℃

/min-250℃; 检测器: 280℃; 分流比: 10: 1







4.3 标准曲线

取甲基正壬酮标样 0.0488ug/ml, 0.122ug/ml, 0.244ug/ml,

0.488ug/ml 分别按色谱进样分析,绘制标准曲线

图 1 甲基正壬酮标准谱图 (0.244ug/ml)

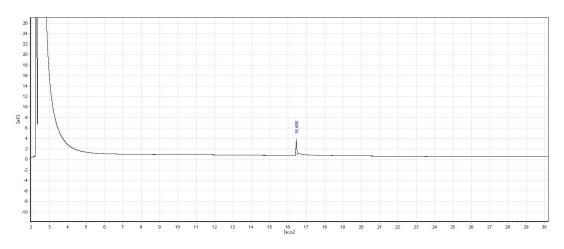
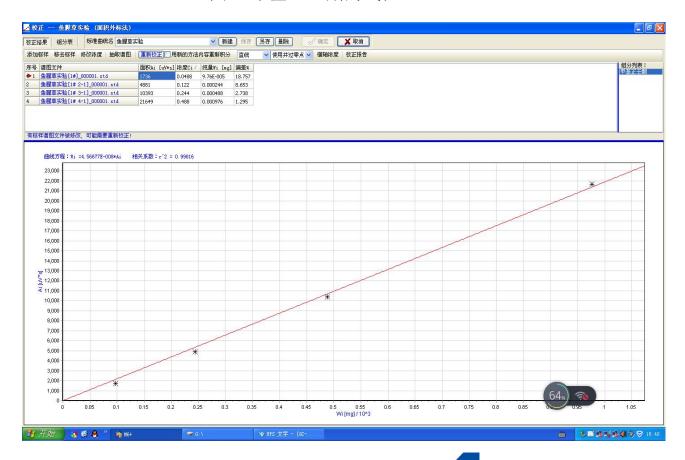


图 2 甲基正壬酮的线性



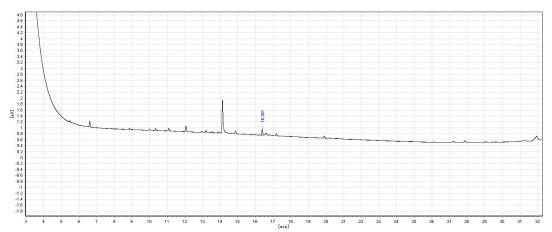




4.4 样品分析

取样品 60ml, 按萃取条件和色谱条件进行分析, 计算结果。

图 3 样品谱图



编号	保留时间	组分名	峰面积(uV.s)	峰高(uV)	含量(ug/ml)
1	16. 381	甲基正壬酮	851	195	0.0039

4.5 样品计算

 $\mathtt{W=0.0039*5/60*1000=0.325ug/m1}$