

柴辛注射液含量的测定

陈卿卿

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江 温岭 317500)

摘要: 试样用正己烷提取, 并加入正二十烷作为内标, 经聚乙二醇 20000 毛细柱分离, FID 检测器检测, 采用单点内标法定量试样中甲基丁香酚的含量。

关键词: 柴辛注射液;甲基丁香酚

1 参考标准

2015 年药典 《柴辛注射液》

2 试剂和材料

2.1 试剂

2.1.1 甲基丁香酚溶液 (正己烷), 2492 ug/mL

2.1.2 正二十烷溶液 (正己烷), 189.1ug/mL

2.1.3 正己烷, 分析纯

2.2 仪器设备

2.2.1 福立 GC9720Plus-FID 气相色谱仪

2.2.2 FL1092T 自动进样器 (选配)

2.2.3 RB-WAX/30m*0.32mm*0.5um

2.2.4 微量注射器: 量程 10 uL

2.2.5 移液枪: 量程 1mL

3 溶液配制

3.1 内标标准溶液配制 (质量比: 正二十烷: 甲基丁香酚=9.455ug:12.46ug)

准确移取正二十烷溶液 100uL, 甲基丁香酚 10uL, 正己烷 1890uL, 摇匀, 待进样。

3.2 样品溶液配制

分别准确移取 DEREK 柴辛注射液、Dobillin 柴辛注射液 2.5mL, 加入正二十烷溶液 250uL, 正己烷 4.75mL, 摇匀 2min, 静置 1 小时, 取上层溶液, 待进样。

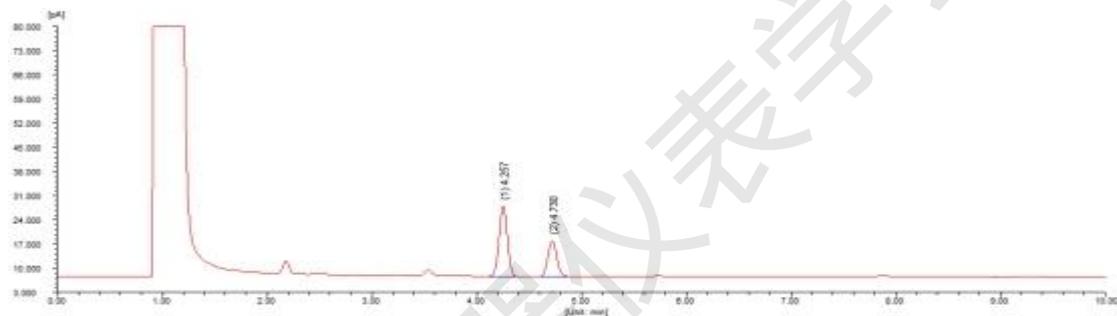
4 测定

4.1 色谱条件

- (1) 进样口 280°C
- (2) 柱温: 170°C保持 11min, 以 35°C/min 升至 210°C, 保持 5min
- (3) 检测器 220°C
- (4) 恒流: 2.5 ml/min
- (5) 分流比 1:1
- (6) 进样量 1ul

4.2 典型谱图

甲基丁香酚典型色谱图 (质量比: 正二十烷: 甲基丁香酚=9.455ug:12.46ug)

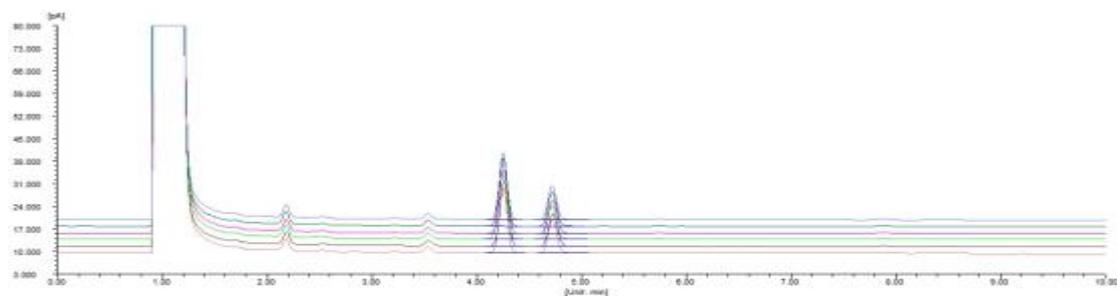


峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	正二十烷	4.257	0.085	20349.8	111652.3	64.5471	64.5471
2	甲基丁香酚	4.730	0.091	10432.6	61325.7	35.4529	35.4529
总计:				30782.3	172978.0	100.0000	100.0000

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	正二十烷	4.257	0.085	0.000	14005	0	0	0.000	0.998
2	甲基丁香酚	4.730	0.091	0.000	15075	0	0	3.174	1.058

4.3 重复性实验

甲基丁香酚重复性实验 (质量比: 正二十烷: 甲基丁香酚=9.455ug:12.46ug)

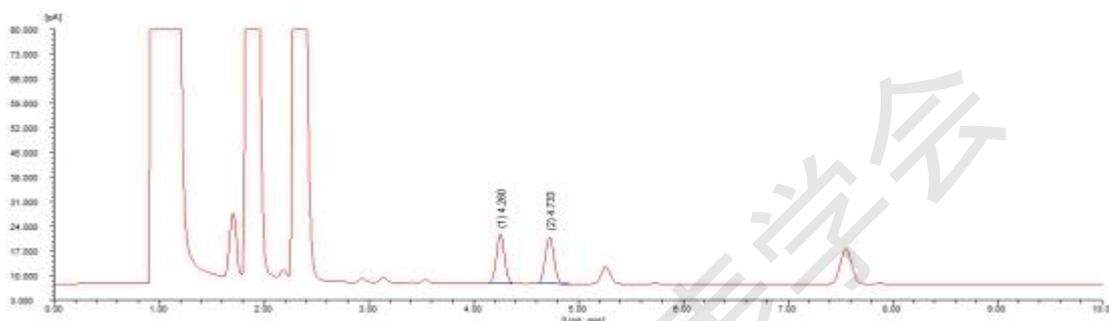


序号	组分名	平均时间	时间RSD%	平均面积	面积RSD%	平均峰高	峰高RSD%	平均含量	含量RSD%	谱图数
1	正二十烷	4.258	0.083	113158.8	1.3833	20464.1	1.6277	64.5462	0.0569	6
2	甲基丁香酚	4.730	0.075	62155.9	1.4315	10414.1	1.9907	35.4538	0.1036	6

4.4 校正系数

正二十烷质量/ μg	18.91					
甲基丁香酚质量/ μg	24.92					
正二十烷峰面积/ $\text{fA}\cdot\text{s}$	111239.8	111652.3	113619.7	112961.8	114014.8	115464.4
甲基丁香酚峰面积/ $\text{fA}\cdot\text{s}$	61090.7	61325.7	62283	62137.5	62538.6	63560
校正因子	2.3996	2.3993	2.4040	2.3957	2.4025	2.3940
极差	1.0%					
平均校正因子	2.3992					

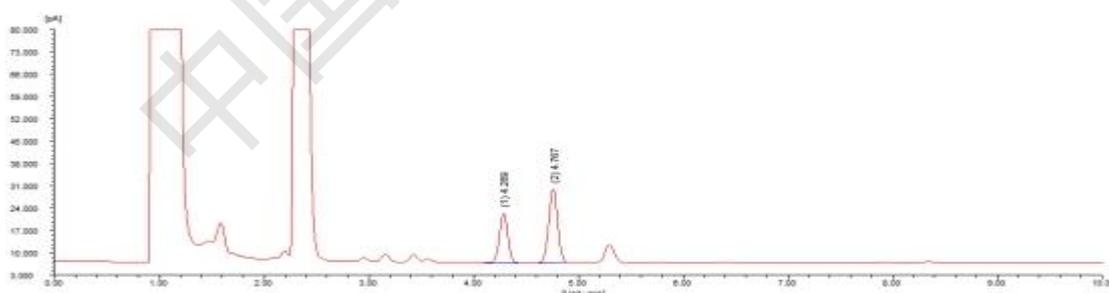
4.5 DEREK 柴辛注射液谱图及 2 针分析结果



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[$\mu\text{g}/\text{mL}$]	
1	正二十烷	4.260	0.084	14135.9	77421.3	49.4438		
2	甲基丁香酚	4.733	0.092	13375.4	79163.0	50.5562	46.3914	
总计:					27511.3	156584.3	100.0000	46.3914

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[$\mu\text{g}/\text{mL}$]	
1	正二十烷	4.258	0.085	14075.4	77724.2	49.5130		
2	甲基丁香酚	4.732	0.094	13153.2	79253.1	50.4870	46.2267	
总计:					27228.5	156977.2	100.0000	46.2267

4.6 Dobillin 柴辛注射液谱图及 2 针分析结果



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[μg]	
1	正二十烷	4.289	0.085	15575.1	86296.8	38.5949		
2	甲基丁香酚	4.767	0.091	23248.8	137299.4	61.4051	72.1850	
总计:					38823.9	223596.2	100.0000	72.1850

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[μg]	
1	正二十烷	4.263	0.086	15483.9	86489.4	38.5944		
2	甲基丁香酚	4.738	0.093	23021.3	137609.0	61.4056	72.0920	
总计:					38505.2	224098.4	100.0000	72.0920

说明：

本方法理论塔板数以甲基丁香酚峰计算为 15075 大于标准要求的 15000。两样品中每 1mL 细辛以甲基丁香酚计均大于药典要求的 40ug，均为合格品。

中国仪器仪表表学会