

## 柴胡注射液中正己醛测定应用方案

### 1、前言

柴胡注射液是取北柴胡 1000g，切段，加水 11000ml，70℃温浸 8 小时。经水蒸气蒸馏（保持提取温度为 100℃，避免暴沸），收集处馏液 6000ml，再重新蒸馏，收集重馏液约 1000ml。加入 3g 聚山梨酯-80，搅拌使油完全溶解，再加入氯化钠 9g，溶解后，滤过，加注射用水至 1000ml，用 10%氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.0，用微孔滤膜（0.45 μm）滤过，灌封，灭菌，即得。通常采用顶空-气相色谱检测，本方法参考药典中柴胡注射液，测定柴胡注射液中正己醛的含量。

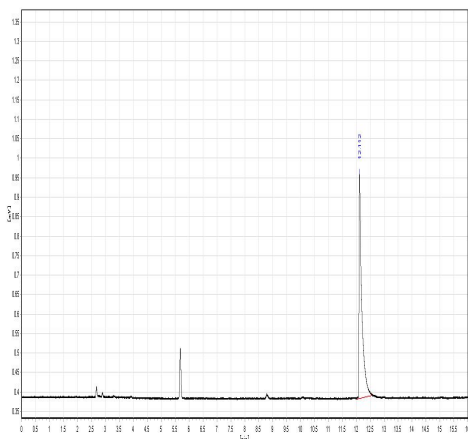
## 2、检测流程



样品采集，顶空进样



样品分析



样品结果

**发现未来**

### 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 HP-5 (30m*0.32mm*0.25 μm)	1 根
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
顶空进样器 (HS-2)	1 台
顶空进样	1 套
进样针	1 根
正己醛标样	1 瓶

### 4、分析条件和结果

#### 4.1 顶空进样器条件

样品平衡温度：85℃；样品平衡时间：15min；进样体积：0.9ml

#### 4.2 色谱条件

进样口：230℃；柱温：35℃ (2min) -1℃/min-40℃ (2min) -3℃

/min-60℃ (3min) -7℃/min-200℃ (3min)；检测器：260℃；分流

比：20：1

### 4.3 标准曲线

取正己醛标样 1.048ug/ml, 5.24ug/ml, 10.48ug/ml, 分别按顶空条件进样分析, 绘制标准曲线

图 1 正己醛标准谱图 (5.24ug/ml)

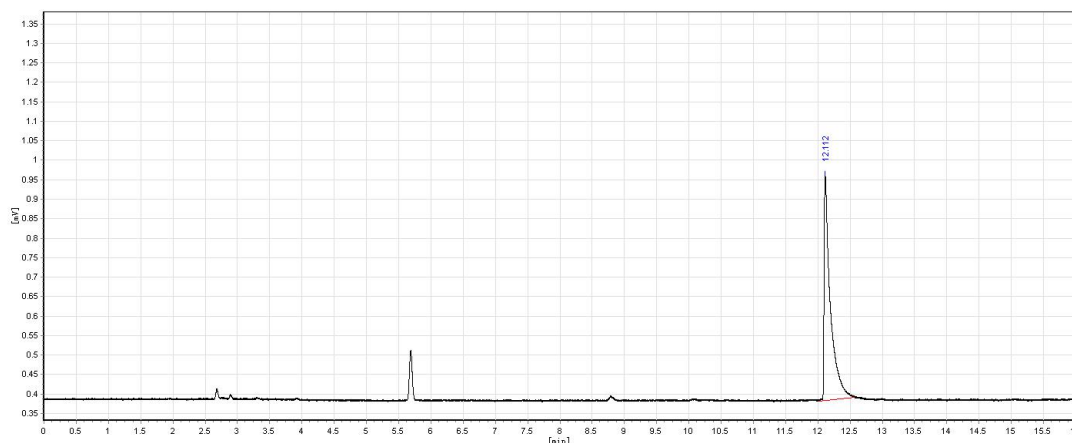
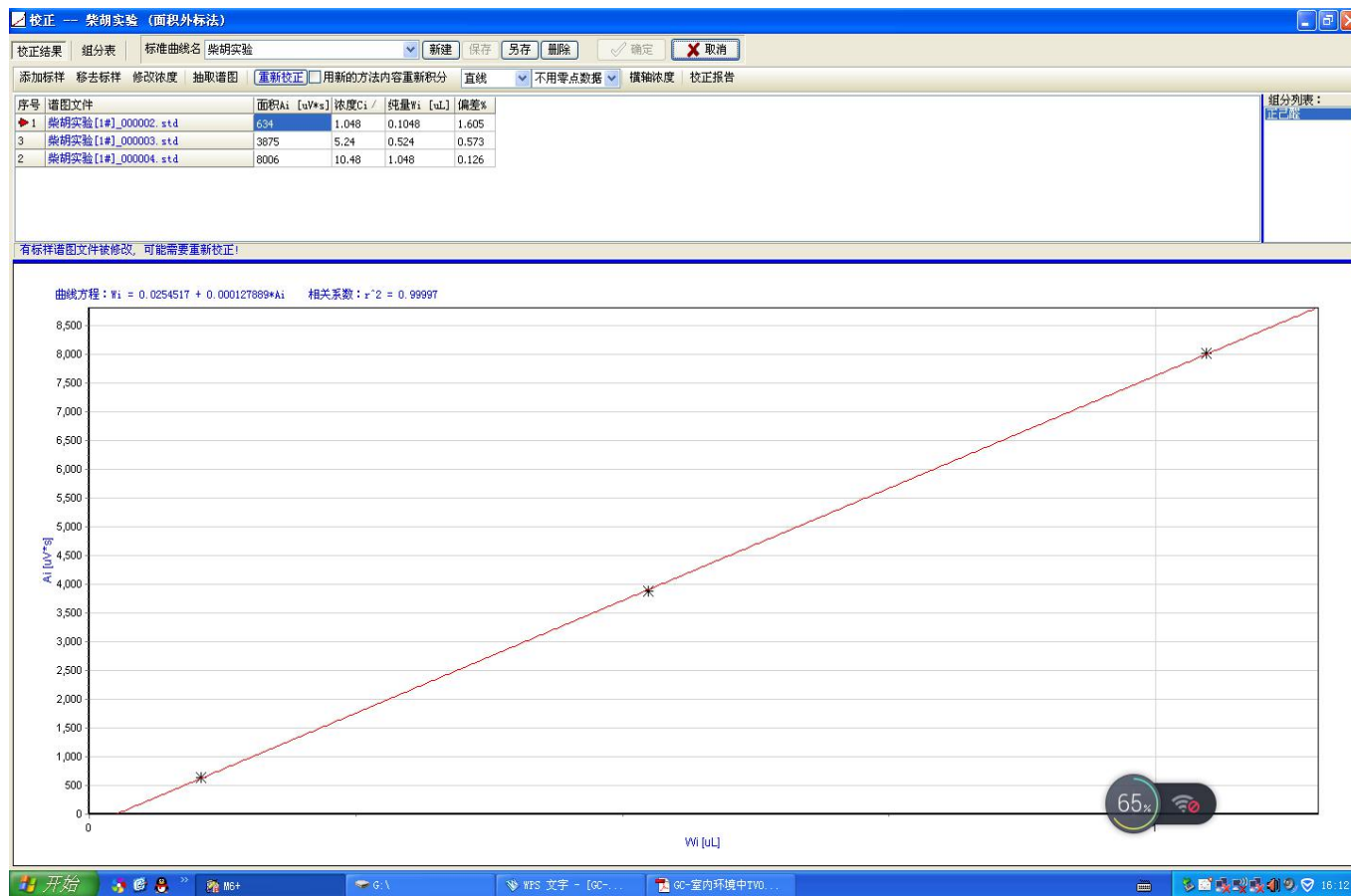


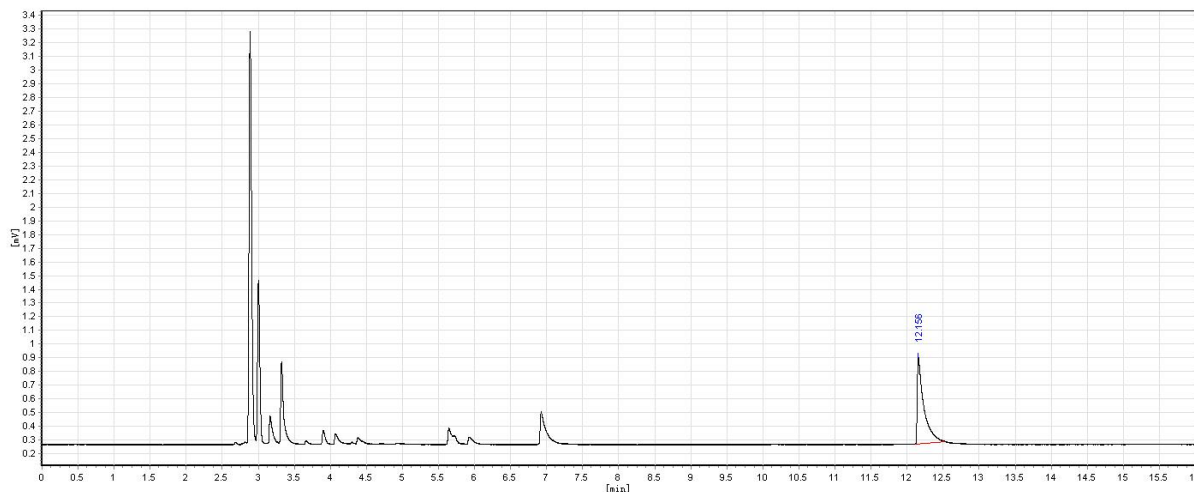
图 2 正己醛的线性



#### 4.4 样品分析

取样品 1ml，按顶空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	12.156	正己醛	4053	633	5.44