

# 亚硫酸氢钠甲萘醌粉（水产用）

Yaliosuanqingna JianaikunFen

Menadione Sodium Bisulfite Powder

本品为亚硫酸氢钠甲萘醌与淀粉配制而成。含亚硫酸氢钠甲萘醌( $C_{11}H_9NaO_5S \cdot 3H_2O$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】本品为白色或类白色粉末。

【鉴别】(1) ~~取本品 10g，加水 100ml，振摇使溶解，滤过，取续滤液 50ml，滴加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液，即生成鲜黄色沉淀。在含量测定项下记录的色谱中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。~~

(2) ~~取鉴别(1)项下剩余的溶液，加稀盐酸数滴，微温，即发生二氧化硫的臭气。取本品 10g，加水 100ml，振摇使溶解，滤过，取续滤液 50ml，加稀盐酸数滴，微温，即发生二氧化硫的臭气。~~

【检查】干燥失重 取本品，在 105℃干燥 4 小时，减失重量不得过 10.0%(附录 0831)。

其他 应符合粉剂项下有关的各项规定(附录 0108)。

【含量测定】~~避光操作。取本品适量(约相当于亚硫酸氢钠甲萘醌 10mg)，精密称定，置分液漏斗中，加水 40ml，混匀，加三氯甲烷 40ml 与碳酸钠试液 2.5ml，剧烈振摇 30 秒，静置，分取三氯甲烷层，用三氯甲烷湿润的棉花滤过，滤液置 200ml 量瓶中，立即用三氯甲烷 40ml 洗涤滤器，洗液并入量瓶中，水层用三氯甲烷振摇提取 2 次，每次 20ml。提取液滤过，并用三氯甲烷 20ml 洗涤滤器，合并提取液与洗液置量瓶中，加三氯甲烷稀释至刻度，摇匀，精密量取 20ml，置 100ml 量瓶中，加无水乙醇稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法(附录 0401)，用 20%三氯甲烷的无水乙醇溶液作空白，在 250nm 的波长处测定吸光度，另取甲萘醌对照品约 50mg，精密称定，置 250ml 量瓶中，加三氯甲烷使溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取 2ml，置 100ml 量瓶中，加无水乙醇稀释至刻度，摇匀，同法测定，计算，并将结果与 1.918 相乘，即得供试品中含  $C_{11}H_9NaO_5S \cdot 3H_2O$  的量。~~

按照高效液相色谱方法(通则 0512)测定。

色谱条件及系统适应性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以 0.15mol/L 磷酸二氢钠溶液-甲醇(70:30)(用磷酸调节 pH 值至 4.8)为流动相；检测波长为 230nm；柱温为 30℃。取 20 $\mu$ L，注入液相色谱仪，记录色谱图。甲萘醌峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 避光操作。取本品适量(约相当于亚硫酸氢钠甲萘醌 5 mg)，精密称定，置 200ml 量瓶中，加水适量，振摇使亚硫酸氢钠甲萘醌溶解，加入 10%亚硫酸氢钠溶液 1.0ml，并用水稀释至刻度，摇匀，滤过，作为供试品溶液，精密量取 20 $\mu$ L，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取甲萘醌对照品约 10mg，精密称定，置 100ml 量瓶中，用 5ml 甲醇溶解，加入 10%亚硫酸氢钠溶液 5.0ml，振摇 1 分钟，加水稀释至刻度，精密量取 5ml，置 50ml 量瓶中，用

水稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液，同法测定。按外标法以峰面积乘以 1.918 计算，即得。

**【类别】** 维生素类药。

**【规格】** 1%

**【贮藏】** 遮光，密封保存。

化学工业出版社