

离子色谱法测定葡萄糖酸钙锌口服溶液中葡萄糖酸锌、盐酸赖氨酸、葡萄糖酸钙的含量

LC-282

摘要: 本文使用离子色谱仪建立了葡萄糖酸钙锌口服溶液中葡萄糖酸锌、盐酸赖氨酸和葡萄糖酸钙的分析方法。本方法采用 Shim-pack IC-C4 色谱柱在草酸体系内实现了葡萄糖酸锌、盐酸赖氨酸和葡萄糖酸钙的同时测定。结果显示, 葡萄糖酸锌、盐酸赖氨酸和葡萄糖酸钙分别在 150~450 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、50~150 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 300~900 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 内线性关系良好; 对照品溶液连续进 6 针, 保留时间和峰面积的 RSD% 均在 0.07% 和 1.94% 以内, 重复性好, 稳定性强; 样品加标回收率均在 95.81~101.88% 之间, 方法可靠。本应用建立的方法准确、灵敏、重复性好, 可为葡萄糖酸钙锌口服溶液中葡萄糖酸锌、盐酸赖氨酸和葡萄糖酸钙的质量控制提供参考。

关键词: 离子色谱法 葡萄糖酸钙锌口服溶液

葡萄糖酸钙锌口服溶液为复方制剂, 每 10 mL 含葡萄糖酸钙 600 mg(相当于钙 54 mg)、含葡萄糖酸锌 30 mg(相当于锌 4.3 mg)、盐酸赖氨酸 100 mg。用于治疗因缺钙、锌引起的疾病, 包括骨质疏松、手足抽搐症、骨发育不全、佝偻病、妊娠妇女和哺乳期妇女、绝经期妇女钙的补充, 小儿生长发育迟缓, 食欲缺乏, 厌食症, 复发性口腔溃疡以及痤疮等。

对葡萄糖酸钙锌口服溶液的含量的测定是对其进行质量控制的关键指标。常用滴定法、比色法、AAS 法、

ICP-MS 法对葡萄糖酸钙锌口服溶液进行质量检验, 该方法只是对葡萄糖酸钙、葡萄糖酸锌定量检测, 未能对盐酸赖氨酸准确分析, 而离子色谱法可同时对葡萄糖酸钙、葡萄糖酸锌和盐酸赖氨酸定量检测, 具有专属性强、灵敏度高、操作自动化等特点, 适合葡萄糖酸钙、葡萄糖酸锌和盐酸赖氨酸的检测。

本文采用离子色谱法测定葡萄糖酸钙锌口服溶液样品中的葡萄糖酸钙、葡萄糖酸锌和盐酸赖氨酸, 操作性和实用性强, 可供相关检测参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

本文使用岛津 IC-16 离子色谱仪, 配置信息如下:

系统控制器: CBM-20Alite	自动进样器: SIL-16i
柱温箱: CTO-20A	输液泵: LC-16i
脱气机: DGU-20A	电导检测器: CDD-10A vp
色谱工作站: Labsolutions Ver. 5.99	

1.2 分析条件

色谱柱: Shim-pack IC-C4, 150 mm \times 4.6 mm I.D., 7 μm ,
岛津(上海)实验器材有限公司, P/N: 228-41616-91
流动相: 2.5 mM 草酸水溶液
流速: 1 mL/min 柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$
进样体积: 25 μL 洗脱方式: 等度洗脱

1.3 溶液配制

1.3.1 系列标准溶液

取葡萄糖酸锌、盐酸赖氨酸和葡萄糖酸钙对照品适量, 用超纯水稀释成系列浓度的混合标准溶液, 其中含葡萄糖酸锌 150、240、300、360、450 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 盐酸赖氨酸 50、80、100、120、150 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 葡萄糖酸钙 300、480、600、720、900 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

1.3.2 供试品溶液

分别取市售某品牌样品五瓶，混匀。

葡萄糖酸锌的测定：精密量取 1 mL，置 10 mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，做供试品溶液 1；

盐酸赖氨酸、葡萄糖酸钙的测定：精密量取 1 mL，置 100 mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，做供试品溶液 2。

1.3.3 加标回收溶液

精密量取供试品溶液，精密加入混合标准溶液，摇匀，制成每 1 mL 中分别含葡萄糖酸锌、盐酸赖氨酸和葡萄糖酸钙 150、50、300 μg 的加标回收溶液。

■ 结果与讨论

2.1 色谱图

4 种标准品按照 1.2 中的液相色谱条件进行测定，色谱图如图 1 所示。

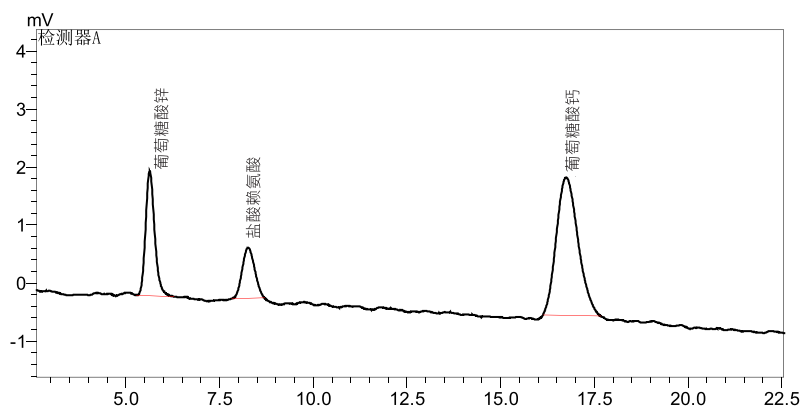


图 1 标准溶液色谱图（150 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、盐酸赖氨酸 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和葡萄糖酸钙 300 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）

2.2 线性

将不同浓度的混合标准工作溶液，按“1.2 分析条件”进行测定，使用外标法定量。以峰面积为纵坐标，对应的标准工作溶液浓度为横坐标，绘制校准曲线，校准曲线线性关系良好，相关系数大于 0.999，准确度在 98.4%~101.7% 之间，具体结果见表 1。

表 1 校准曲线参数

序号	化合物名称	校准曲线	相关系数 r	准确度 (%)	线性范围 ($\mu\text{g}/\text{L}$)
1	葡萄糖酸锌	$Y = 246.309X - 1005.69$	0.9999	99.5~100.5	150~450
2	盐酸赖氨酸	$Y = 685.022X - 14634.4$	0.9994	98.4~101.7	50~150
3	葡萄糖酸钙	$Y = 386.432X - 22034.3$	0.9991	97.6~101.5	300~900

2.3 精密度

采用葡萄糖酸锌 150 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、盐酸赖氨酸 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和葡萄糖酸钙 300 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作溶液连续测定 6 次，考察仪器的精密度，保留时间和峰面积的重复性结果如表 2 所示。结果显示：目标物保留时间和峰面积的相对标准偏差分别在 0.03%~0.07% 和 1.10%~1.94% 之间，显示仪器精密度良好。

表 2 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

序号	目标物名称	浓度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	保留时间 (RSD%)	峰面积 (RSD%)
1	葡萄糖酸锌	150	0.03	1.94
2	盐酸赖氨酸	50	0.04	1.10
3	葡萄糖酸钙	300	0.07	1.24

2.4 样品测定结果及加标回收率考察

精密量取葡萄糖酸钙锌口服溶液、“1.3.3”项下的加标回收溶液，按照“1.3.2 供试品溶液”方法处理及“1.2 分析条件”进行测定，供试品溶液色谱图如图 2、图 3 所示，定量结果及加标回收如表 3 所示。

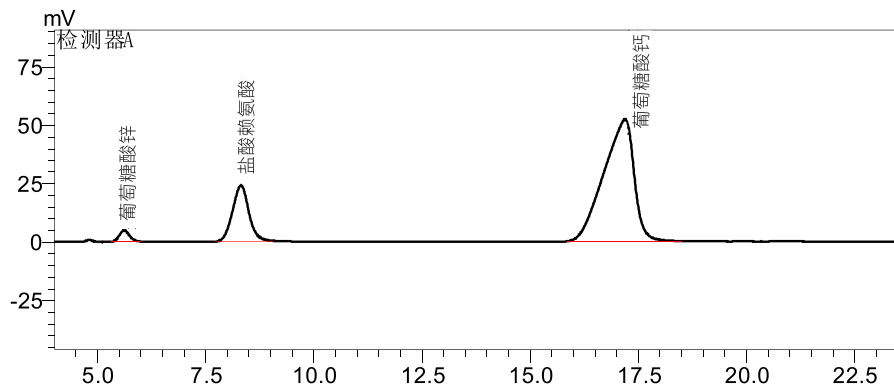


图 2 供试品溶液 1 色谱图

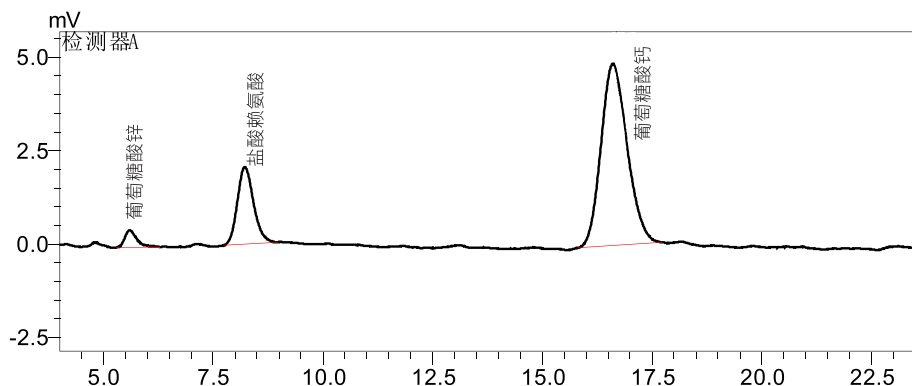


图 3 供试品溶液 2 色谱图

表 3 样品溶液测试结果及加标回收率结果

序号	目标物	检出结果 (mg/10 mL)	添加浓度 (mg/10 mL)	回收率 (%)
1	葡萄糖酸锌	349.8	150	96.53
2	盐酸赖氨酸	96.438	50	101.88
3	葡萄糖酸钙	609.825	300	95.81

■ 结论

本应用建立了采用岛津离子色谱仪 IC-16 测定葡萄糖酸钙锌口服溶液中葡萄糖酸锌的检测方法。该方法准确度高、重复性好，可用于葡萄糖酸钙锌口服溶液中葡萄糖酸锌的检测。

岛津应用云

