

doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2021.01.017

西瓜霜润喉片中西瓜霜的含量测定*

唐燊峰¹, 彭飞燕¹, 唐蕾^{1△}, 罗亚虹¹, 王许飞², 马强薇²

(1. 广西壮族自治区桂林市食品药品检验所, 广西 桂林 541001; 2. 桂林三金药业股份有限公司, 广西 桂林 541004)
摘要:目的 建立测定西瓜霜润喉片中西瓜霜含量的离子色谱法。方法 采用 Dionex IonPac™ CS12A 阳离子交换色谱柱(250 mm×4 mm), Dionex CERS 500 型抑制器(规格为 4 mm), 淋洗液为 15 mmol/mL 甲磺酸溶液, 流速为 1.0 mL/min, 进样量为 10 μL, 电导检测器进行检测, 西瓜霜的含量以硫酸钠计。结果 硫酸钠的质量浓度在 0.999 0~99.899 6 μg/mL 范围内与峰面积线性关系良好($r=1.000 0$); 平均加样回收率为 100.10%, RSD 为 2.03% ($n=9$)。结论 离子色谱法专属性强, 操作简便, 结果准确, 可用于西瓜霜润喉片中西瓜霜的含量测定。

关键词: 离子色谱法; 西瓜霜润喉片; 西瓜霜; 硫酸钠; 含量测定

中图分类号: R932; R286.0

文献标志码: A

文章编号: 1006-4931(2021)01-0067-03

Content Determination of Watermelon Frost in Watermelon Frost Runhou Tablets

TANG Yufeng¹, PENG Feiyan¹, TANG Lei¹, LUO Yahong¹, WANG Xufei², MA Qiangwei²

(1. Guilin Institute for Food and Drug Control, Guilin, Guangxi, China 541001; 2. Guilin Sanjin Pharmaceutical Co., Ltd., Guilin, Guangxi, China 541004)

Abstract: Objective To establish an ion chromatography method for content determination of watermelon frost in Watermelon Frost Runhou Tablets. **Methods** The Dionex IonPac™ CS12A cation exchange chromatographic column(250 mm × 4 mm) and Dionex CERS 500 suppressor(4 mm) were eluted with 15 mmol/mL of methanesulfonic acid solution at the flow rate of 1.0 mL/min, and the injection volume was 10 μL. The conductivity detector was used for detection, and the content of watermelon frost was calculated by sodium sulfate. **Results** The linear range of sodium sulfate was 0.999 0–99.899 6 μg/mL ($r=1.000 0$). The average recovery was 100.10%, and the RSD was 2.03% ($n=9$). **Conclusion** This method is specific, simple and accurate, which can be used for the content determination of watermelon frost in Watermelon Frost Runhou Tablets.

Key words: ion chromatography; Watermelon Frost Runhou Tablets; watermelon frost; sodium sulfate; content determination

西瓜霜润喉片由西瓜霜、冰片、薄荷素油、薄荷脑组方, 清音利咽, 消肿止痛, 用于防治咽喉肿痛, 声音嘶哑, 喉痹, 喉痈, 喉蛾, 口糜, 口舌生疮, 牙痛, 急、慢性咽喉炎, 急、慢性扁桃体炎, 口腔溃疡, 牙龈肿痛。其质量标准收载于 2015 年版《中国药典(一部)》^[1], 其中西瓜霜含量测定方法为重量法, 以硫酸钠(Na_2SO_4)计, 操作烦琐费时。离子色谱法^[2]是当今发展较快的检测技术手段之一, 目前在药品检测中^[3]的应用较广, 如测定药用芒硝中硫酸钠含量^[4], 具有操作简便、快速灵敏、抗干扰能力强、分析结果准确、离子分离选择性好等优点。本研究中建立了离子色谱法测定西瓜霜润喉片中西瓜霜的含量, 方法简便、准确度高、专属性强。现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

Dionex ICS-900 型离子色谱仪, DS5 型电导检测器, Dionex CERS 500 型抑制器(规格为 4 mm), Dionex Chromeleon™ 7.2.0.3765 型色谱工作站, 均购自美国 Thermo scientific 公司; 高纯水处理器(德国 Merck Millipore 公司); XS205DU 型电子分析天平(瑞士梅特勒-托利多公司, 精度为 0.01 mg)。

1.2 试剂

硫酸钠标准物质[纯度为 99.97%, 批号为 CDBO-GBW(E)060319, 国家标准物质中心]; 西瓜霜润喉片(规格为每片 0.6 g, 批号分别为 161123, 161126, 161127, 161128, 161201, 1604013), 不加西瓜霜的阴性样品, 均由桂林三金药业股份有限公司提供; 水为高纯水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Dionex IonPac™ CS 12A 柱(250 mm×4 mm); 抑制器: 4 mm; 淋洗液: 15 mmol/mL 甲磺酸溶液; 流速: 1.0 mL/min; 柱温: 30 °C; 进样量: 10 μL。电导检测器。在拟订色谱条件下, 理论板数按钠离子峰计不低于 2000。

2.2 溶液制备

对照品溶液: 取硫酸钠标准物质 1.25 g, 精密称定, 加水配制成质量浓度为 0.5 mg/mL 的溶液, 即得。

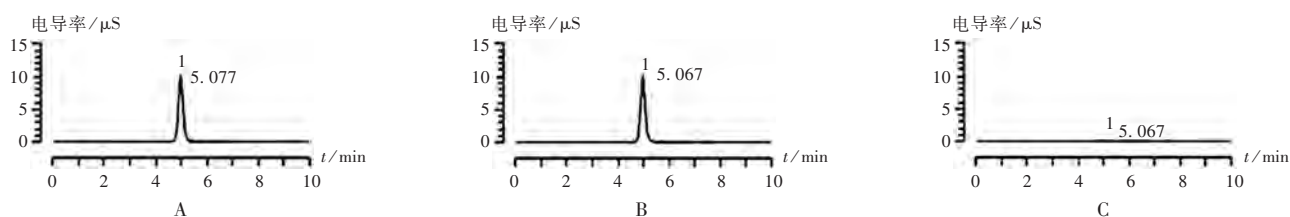
供试品溶液: 取样品 20 片, 研细, 精密称定 0.25 g, 置 100 mL 容量瓶中, 加水近刻度, 超声处理(功率为 900 W, 频率为 40 kHz)5 min, 放冷, 加水定容, 摇匀, 过滤, 取续滤液, 即得。

阴性对照品溶液: 取阴性样品, 按供试品溶液制备

*基金项目: 广西壮族自治区食品药品监督管理局 2016 年食品药品安全科研项目[桂食药监科评[2016]8 号]。

第一作者: 唐燊峰, 男, 大学本科, 副主任药师, 研究方向为药品与食品检测, (电子信箱)9472183@qq.com。

△通信作者: 唐蕾, 女, 大学本科, 主管药师, 研究方向为药品与食品检测, (电子信箱)78411951@qq.com。



1. 钠离子峰
A. 对照品溶液 B. 供试品溶液 C. 阴性对照品溶液

图1 离子色谱图

1. peak of sodiumion

A. Reference solution B. Test solution C. Negative reference solution

Fig. 1 Ion chromatograms

方法制备,即得。

2.3 方法学考察

系统适用性试验:分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照品溶液各 10 μL,分别注入离子色谱仪,按拟订色谱条件进样测定,离子色谱图见图 1。结果钠离子峰与邻近峰分离度大于 1.5,保留时间为 5.067 min,理论板数为 4 000,阴性对照品溶液对测定无干扰。

线性关系考察:精密量取对照品溶液适量,分别加水制成含硫酸钠质量浓度为 0.999 0~99.899 6 μg/mL 的系列质量浓度标准品溶液 7 份,分别进样 10 μL,按拟订色谱条件进样,测定峰面积,以对照品溶液质量浓度(X)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标绘制标准曲线,得线性回归方程 $Y=0.040 1X+0.011 2$, $r=1.000 0$ ($n=7$)。结果表明,硫酸钠质量浓度的线性范围是 0.999 0~99.899 6 μg/mL。

精密度试验:取质量浓度为 49.95 μg/mL 的对照品溶液,按拟订色谱条件进样,重复进样 6 次。结果的 RSD 为 0.43% ($n=6$),表明仪器精密度良好。

重复性试验:取同批样品(批号为 1604013)6 份,按供试品溶液制备方法制备溶液,按拟订色谱条件进样测定。结果供试品含量为每片 12.47 mg, RSD 为 1.06% ($n=6$),表明方法重复性良好。

稳定性试验:取同批样品(批号为 1604013),依法制备供试品溶液,分别于 0,2,4,8,12,24 h 时按拟订色谱条件进样测定。结果的 RSD 为 0.89% ($n=6$),表明供试品溶液在 24 h 内稳定性良好。

加样回收试验:取样品(批号为 1604013)0.125 g,共 9 份,精密称定,分别加入对照品溶液 1.0,2.0,3.0 mL,按供试品溶液制备方法制备溶液,按拟订色谱条件进样测定。结果见表 1。

2.4 样品含量测定

取样品 0.25 g,精密称定,按供试品溶液制备方法制备溶液,按拟订色谱条件进样测定。结果见表 2。

表 1 硫酸钠加样回收试验结果($n=9$)

Tab. 1 Results of recovery test of sodium sulfate($n=9$)

取样量 (g)	峰面积	样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	\bar{X} (%)	RSD (%)
0.124 6	1.546 8	2.589 0	1.248 7	3.830 1	99.40		
0.126 3	1.554 1	2.624 3	1.278 7	3.848 3	98.02		
0.124 7	1.554 3	2.591 0	1.248 7	3.848 8	100.73		
0.126 1	2.078 7	2.620 1	2.497 5	5.156 8	101.57		
0.124 3	2.073 4	2.582 7	2.497 5	5.143 5	102.53	100.10	2.03
0.125 2	2.042 1	2.601 4	2.497 5	5.065 5	98.66		
0.124 8	2.579 2	2.593 1	3.746 2	6.405 1	101.76		
0.127 4	2.580 0	2.647 1	3.746 2	6.407 1	100.37		
0.124 5	2.553 3	2.586 9	3.746 2	6.340 5	100.20		

表 2 样品含量测定结果

Tab. 2 Results of content determination of samples

批号	峰面积	含量(mg)	药典方法 ^[1] 含量(mg)
1604013	2.120 6	12.47	12.13
161123	2.112 4	12.18	12.48
161126	2.102 8	12.10	12.41
161127	2.121 4	12.16	12.04
161128	2.134 1	12.24	12.62
161201	2.121 2	12.00	12.27

3 讨论

3.1 检测方法选择

离子色谱法是采用高压输液泵系统将规定洗脱液泵入装有填充剂的色谱柱,分离测定可解离物质的色谱方法,常用于无机阴离子、无机阳离子、有机酸、糖醇类、氨基酸类等物质的定性和定量分析^[2],根据所测物质的峰面积计算其含量,专属性极强,故选择离子色谱法。

3.2 样品制备^[3]

考察了不同提取方法(超声、振摇)、提取时间(5,10,15,30 min)、提取溶剂用量(25,50,100,200 mL)、除去杂质方法(过滤、离心)。结果表明,样品用水 100 mL,超声处理(功率为 900 W,频率为 40 kHz)5 min,过滤,即可得到提取完全澄清的样品。