

中图分类号: R917; R927 文献标志码: A 文章编号: 1006-4931(2024)22-0106-03
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2024.22.023



原子吸收火焰法测定消朦片中葡萄糖酸锌含量

李锋武¹, 张文博², 安庆¹, 陈娜娜¹, 刘鹏鸣^{1△}

(1. 陕西省西安市食品药品检验所, 陕西 西安 710061; 2. 陕西省渭南市富平县检验检测中心, 陕西 渭南 711700)

摘要:目的 建立测定消朦片中葡萄糖酸锌含量的原子吸收火焰法。方法 测定波长为 213.9 nm, 狭缝宽度为 0.2 nm, 锌灯空心阴极灯电流为 5.0 mA, 氘灯背景校正。结果 葡萄糖酸锌质量浓度在 2.784~13.920 mg/L 范围内与吸光度线性关系良好($r=0.9997, n=5$); 精密度、稳定性、重复性试验结果的 RSD 均不超过 1.0%; 平均加样回收率为 100.22%, RSD 为 1.29% ($n=9$); 含量测定中, 该法检测结果的 RSD 明显优于标准中的紫外分光光度法。结论 该方法操作简便, 重复性好, 精密度高, 结果准确, 可用于消朦片的质量控制。

关键词: 消朦片; 质量标准; 原子吸收火焰法; 葡萄糖酸锌; 含量测定

Determination of Zinc Gluconate in Xiaomeng Tablets by Atomic Absorption Spectrometry

LI Fengwu¹, ZHANG Wenbo², AN Qing¹, CHEN Nana¹, LIU Pengming¹

(1. Xi'an Institute for Food and Drug Control, Xi'an, Shaanxi, China 710061; 2. Fuping County Inspection and Testing Center, Weinan, Shaanxi, China 711700)

Abstract: Objective To establish an atomic absorption spectrometry (AAS) method for determining the content of zinc gluconate in Xiaomeng Tablets. **Methods** The determination wavelength was 213.9 nm, the slit width was 0.2 nm, the zinc hollow cathode lamp current was 5.0 mA, and deuterium lamp background correction was adopted. **Results** The linear range of zinc gluconate was 2.784 - 13.920 mg/L ($r=0.9997, n=5$). The RSDs of precision, stability and repeatability tests were not over 1.0%. The average recovery rate of zinc gluconate was 100.22% with an RSD of 1.29% ($n=9$). The RSD of content determination of zinc gluconate by AAS method was significantly better than that by the ultraviolet spectrophotometry method in the standard. **Conclusion** This method is easy, repeatable, precise and accurate, which can be used for quality control of Xiaomeng Tablets.

Key words: Xiaomeng Tablets; quality standard; atomic absorption spectrometry; zinc gluconate; content determination

消朦片为眼科常用药品, 有明目退翳、镇静安神功效, 临床主要用于治疗角膜云翳、斑翳、白斑、白内障及神经衰弱等病症^[1]。该药品由珍珠层粉、葡萄糖酸锌组成, 珍珠层粉能清肝火、改善视力, 且含丰富的人体必需氨基酸、微量元素和牛磺酸等物质, 具有镇静大脑、安神助眠作用, 同时可有效补充人体缺乏的营养物质, 改善机体的代谢状况^[2]; 葡萄糖酸锌可参与眼组织内一系列重要金属酶的活动和维生素 A 的代谢, 保持视网膜色素上皮的正常组织形态, 维持正常视觉功能及免疫功能, 对眼睛功能紊乱、营养不良进行有效的调整和补充, 明显改善眼睛干涩、胀痛、不能持久阅读等眼疲劳症状^[3]。消朦片现行质量标准有《卫生部药品标准中药成方制剂》(WS_{3-B-2984-98}) 和《国家食品药品监督管理总局国家药品标准》(WS_{3-B-2984-98-1}), 前者未规定葡萄糖酸锌的含量测定方法, 后者采用紫外分光光度法测定葡萄糖酸锌含量, 结果差异大, 且阴性干扰大, 方法专属性差。为进一步控制该药品质量, 本研究中建立了原子吸收火焰法测定消朦片中葡萄糖酸锌含量^[4-5]。现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

ICE3500 型原子吸收分光光度计、ICE300 型原子吸收分光光度计 (美国 Thermo Fisher Scientific 公司); MS105 型电子分析天平 (瑞士 Mettler Toledo 公司, 精度为 0.01 mg)。

1.2 试剂

锌标准溶液 (国家有色材料及电子材料分析测试中心, 批号为 217009-6, 质量浓度为 1 000 μg/mL); 消朦片 (陕西三正盛邦制药有限公司, 批号分别为 220301, 220302, 220303); 盐酸为分析纯, 水为纯化水。

2 方法与结果

2.1 试验条件

测定波长为 213.9 nm; 狭缝宽度为 0.2 nm; 锌 (Zn) 灯空心阴极灯电流为 5.0 mA, 乙炔流量为 1.5 L/min; 空气流量为 1.0 L/min; 燃烧器高度为 8.0 mm; 氘灯背景校正^[6-8]。

2.2 溶液制备

供试品溶液: 称取除去包衣的样品 1 g, 精密称定,

第一作者: 李锋武, 男, 硕士研究生, 副主任药师, 研究方向为药物分析, (电子信箱) 13991845264@126.com。

△通信作者: 刘鹏鸣, 男, 硕士研究生, 副主任药师, 研究方向为药品检验, (电子信箱) 1095719796@qq.com。

置具塞锥形瓶中,加入 10 mL 盐酸水溶液(1:1, V/V),加热使溶解,放冷,滤过,滤液转移至 100 mL 容量瓶中,用水洗涤 3 次,每次 10 mL,洗液并入同一容量瓶中,加水定容,摇匀。精密量取 5 mL,置 50 mL 容量瓶中,加水定容,摇匀,即得。

空白溶液:不加样品,同供试品溶液制备方法制备空白溶液。

阴性对照品溶液:按消朦片处方及工艺制备不含葡萄糖酸锌的阴性样品,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。

2.3 方法学考察

阴性干扰试验:取空白溶液及阴性对照品溶液,按 2.1 项下试验条件进样测定,记录吸光度,结果两者吸光度基本相同(均小于 0.001),表明该方法阴性无干扰。

线性关系考察:精密量取锌单元素标准溶液 1.0 mL,置 50 mL 容量瓶中,加入 5.0 mL 盐酸水溶液(1:1, V/V),加水定容,摇匀,精密量取 1, 2, 3, 4, 5 mL,分别置 50 mL 容量瓶中,加水定容,摇匀,即得葡萄糖酸锌质量浓度分别为 2.784, 5.568, 8.352, 11.136, 13.920 mg/L 系列对照品溶液,按 2.1 项下试验条件进样测定,以葡萄糖酸锌质量浓度(X , mg/L)为横坐标、吸光度(Y)为纵坐标进行线性回归,得回归方程 $Y = 0.0067X + 0.0002$, $r = 0.9997$ ($n = 5$)。结果表明,葡萄糖酸锌质量浓度 2.784 ~ 13.920 mg/L 范围内与吸光度线性关系良好。

检测限与定量限考察:取空白溶液,按 2.1 项下试验条件进样,重复测定 11 次,记录吸光度值,计算标准偏差,并以 3 倍、10 倍标准偏差对应的质量浓度作为检测限和定量限^[9-12]。结果葡萄糖酸锌的检测限为 0.099 mg/L,定量限为 0.328 mg/L。

精密度试验:取对照品溶液(11.136 mg/L)适量,按 2.1 项下试验条件连续进样测定 9 次,记录吸光度。结果的 RSD 为 1.00% ($n = 9$),表明仪器精密度良好。

稳定性试验:取除去包衣的样品(批号为 220301),分别于室温放置 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 h 时按 2.1 项下试验条件进样测定,记录吸光度。结果的 RSD 为 0.85% ($n = 7$),表明供试品溶液室温放置 6 h 内基本稳定。

重复性试验:取除去包衣的样品(批号为 220301) 6 份,精密称定,按 2.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.1 项下试验条件进样,记录吸光度,并计算含量。结果的 RSD 为 0.67% ($n = 6$),表明方法重复性良好。

重现性试验:取 3 批样品,按 2.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.1 项下试验条件进样,由 2 名实验室人员使用相同仪器,以及分别采用 Thermo ICE3000 型和 Thermo ICE3500 型原子吸收分光光度计,分别进行含量测定,结果葡萄糖酸锌平均含量为 99.82%, RSD 为 0.77% ($n = 12$)。表明不同人员、不同仪器对测定结果无

明显影响,重现性良好。

加样回收试验:称取已知含量样品(批号为 220301)粉末 9 份,精密称定,分别精密加入锌标准溶液 0.2, 0.4, 0.8 mL,按 2.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.1 项下试验条件进样测定,计算加样回收率。结果见表 1。

表 1 加样回收试验结果($n = 9$)

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

取样量(g)	样品含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	$\bar{X}$ (%)	RSD (%)
0.9215	6.0561	1.392	7.4712	101.66		
0.9125	5.9970	1.392	7.4013	100.88		
0.9045	5.9444	1.392	7.3611	101.77		
0.9351	6.1455	2.784	8.9147	99.47		
0.9412	6.1856	2.784	9.0122	101.53	100.22	1.29
0.9355	6.1481	2.784	8.9131	99.32		
0.9246	6.0765	5.568	11.5564	98.42		
0.9318	6.1238	5.568	11.6245	98.79		
0.9102	5.9818	5.568	11.5571	100.13		

2.4 样品含量测定

取 3 批样品,均平行 3 份,按 2.2 项下方法制备供试品溶液,分别采用紫外分光光度法和原子吸收分光光度法测定含量,结果见表 2。可见,采用紫外分光光度法测定时平行样含量差异较大,采用原子吸收分光光度法可有效避免该问题。

表 2 样品含量测定结果(%, $n = 3$)

Tab. 2 Results of content determination of zinc gluconate in samples (%, $n = 3$)

批号	紫外分光光度法		原子吸收分光光度法	
	平均含量	RSD	平均含量	RSD
220301	97.20	4.38	100.10	0.20
220302	99.00	6.19	98.80	0.27
220303	98.80	5.52	100.90	0.40

3 讨论

预试验中制备样品时,溶剂分别考察了 2% 硝酸溶液和盐酸水溶液(1:1, V/V),含量测定结果无明显差异,从试剂毒性及安全性方面考虑,选择后者为溶剂。该样品溶解性不好,为保证含量测定的准确性,重点考察该样品的提取条件,样品处理方式分别考察了加热溶解及加热回流 30, 45, 60 min 等不同条件,含量测定结果无明显差异。从试验过程方便,简单易操作方面考虑,选择加热溶解为样品处理方式。

由于葡萄糖酸锌较稳定,且该药品处方工艺简单,暂定限度为本品每片含葡萄糖酸锌($C_{12}H_{22}O_{14}Zn$)应为标示量的 90.0% ~ 110.0%。

综上所述,该方法操作简便,稳定性、重复性、重现性良好,回收率好,可用于消朦片中葡萄糖酸锌含量的控制。