

离子色谱法测定氨基葡萄糖片中的氯离子和硫酸根

1. 前言

氨基葡萄糖的全称是 D-氨基葡萄糖，是单糖成份，可以刺激软骨细胞产生正常多聚体结构的蛋白多糖，提高软骨细胞的修复能力，抑制损伤软骨的酶，促进软骨基质的修复和重建^[1-3]。目前，商品化的氨糖主要有 3 种：盐酸氨基葡萄糖、硫酸氨基葡萄糖、硫酸氨基葡萄糖复盐。临床上主要用于治疗和预防全身各种关节的骨性关节炎，可缓解和消除骨性关节炎的疼痛、肿胀等症状，改善关节活动功能，提高关节和机体的免疫力，因此，被誉为关节腔内的“清道夫”。其治疗骨关节炎的主要成分是氨基葡萄糖，通过检测 Cl^- 和 SO_4^{2-} 的含量可以判断生产过程中是否添加了其他物质，过量的添加物会对身体产生副作用。因此，我们有必要对其中的非主要成分氯离子和硫酸根离子 进行质量控制。本文建立了离子色谱法测定氨基葡萄糖中氯离子和硫酸根离子，方法简便、快捷、准确。

2. 实验条件

2.1 色谱条件:

仪器型号: IC-2010

色谱柱: TSKgel SuperIC-Anion HS (4.6mm I.D.×10cm)

TSKguardcolumn SuperIC-A (4.6mm I.D.×1cm)

柱温: 40℃

流动相: 3.8m M NaHCO_3 + 3.0m M Na_2CO_3

流速: 1.5ml/min

进样量: 30μL

抑制胶: TSKsuppress IC-A

2.2 样品前处理方法:

分别选取硫酸氨基葡萄糖片(样品 A)、硫酸氨基葡萄糖钾片(样品 B)、硫酸氨基葡萄糖钾胶囊(样品 C)、硫酸氨基葡萄糖胶囊(样品 D)作为测试样品。

准确称取适量的各药品，加水溶解后定容至 100 mL，超声提取 20 min。溶液经 10000 r/min 离心 15min，上清液依次过 0.22 μm 滤头和 TOYOPAK ODS M 柱，滤液稀释 100 倍后进样分析。

注：TOYOPAK ODS M 柱使用前先用 10ml 甲醇和 20ml 纯水冲洗活化。

3. 结果

3.1 色谱条件的选择

TSKgel SuperIC-Anion HS 离子色谱柱在保证各离子分离度的前提下，常规 7 种阴离子在 5 min 内

可以完成分离。本文选择 3.8m mol/LNaHCO₃ + 3.0m mol/L Na₂CO₃ 等度洗脱，该条件下，每个样品测定只需 4 min，样品溶液中杂质离子不干扰待测离子的测定。图 1 为标准溶液的谱图。

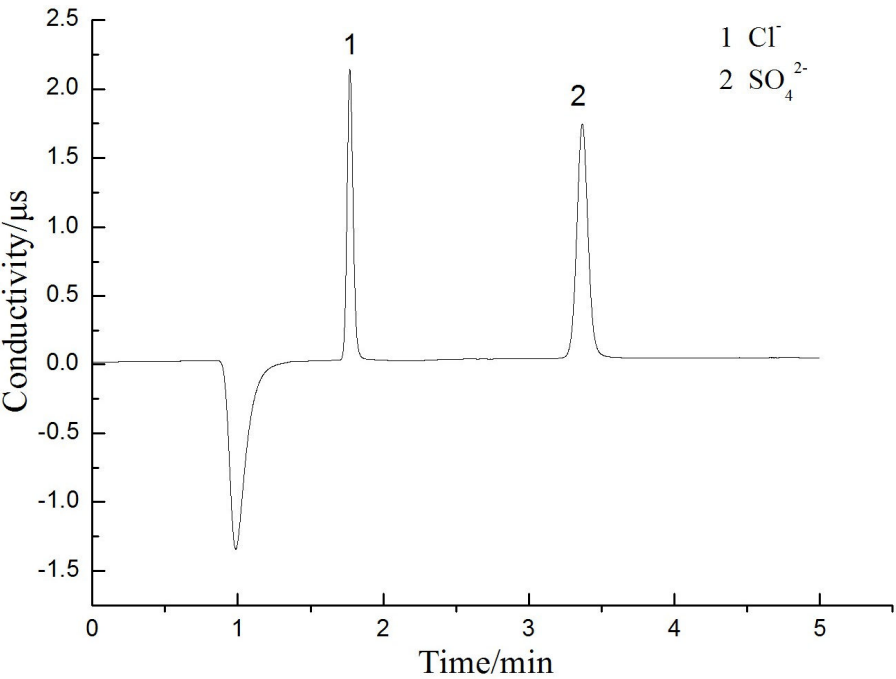


图 1 Cl⁻(1.0 mg/L)和 SO₄²⁻(2.0 mg/L)混合标准溶液色谱图

3.2 重现性、线性范围

按照上述色谱条件，混合标准溶液 Cl⁻(1.0 mg/L)和 SO₄²⁻(2.0 mg/L)连续进样 7 次，峰面积和保留时间的相对标准偏差分别为 0.53%和 0.21%。结果见表 1。

表 1 Cl⁻ 和 SO₄²⁻的重现性、线性范围和检出限(n=7)

离子	线性范围/(mg·L ⁻¹)	线性方程	相关系数	RSD /%	
				保留时间	峰面积
Cl ⁻	0.05~5	Y=6.88X-0.39	0.9999	0.021	0.53
SO ₄ ²⁻	0.1~10	Y=5.12X-0.46	0.9999	0.028	0.45

3.3 样品测定

按照上述样品前处理方法和色谱条件对各样品进行测定，每个样品连续测定 4 次，结果见表 2。
样品测定谱图见图 2。

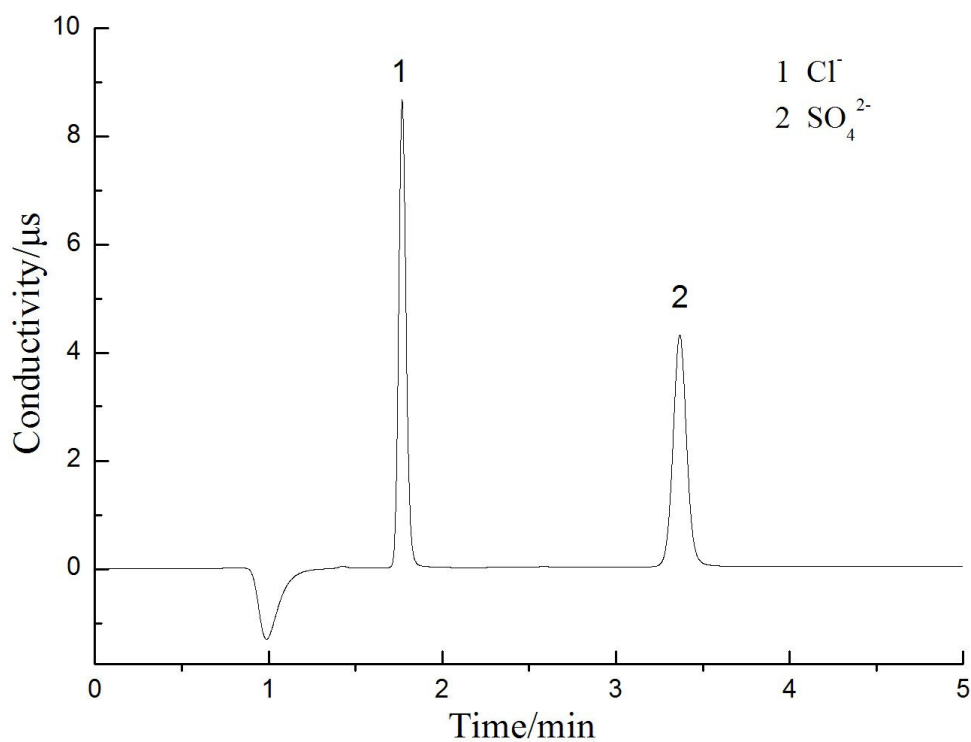


图2 样品溶液谱图

表2 样品测定结果($n=4$) $/(mg \cdot g^{-1})$

样品	A		B		C		D	
	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻
1	83.39	115.81	79.94	98.97	100.89	121.57	5.49	180.15
2	83.18	115.95	79.84	98.82	101.00	123.18	5.62	181.03
3	83.47	117.18	79.77	99.04	99.72	122.77	5.53	180.52
4	83.50	117.40	79.74	99.14	99.85	122.60	5.52	179.22
平均	83.39	116.59	79.83	98.99	100.36	122.53	5.54	180.23
RSD %	0.17	0.70	0.11	0.14	0.67	0.56	1.01	0.42

4. 结论

通过采用离子色谱法快速测定了氨基葡萄糖类药物中的 Cl⁻和 SO₄²⁻, 结果表明, 该方法具有简便快捷、灵敏度高、定量准确等优点, 具有较强的实用性, 可以应用于氨基葡萄糖类药品的质量控制。

参考文献:

- [1] 王培, 黄哲苏, 李海生. 盐酸氨基葡萄糖胶囊含量测定条件的改进. 天津药学. 2008, 20(3): 13~14.
- [2] 吴虹, 顾宏霞, 王效山. HPLC—ELSD 测定盐酸氨基葡萄糖含量[J]. 安徽中医学院学报, 2008, 27(2): 41-43.
- [3] 董振香. 葡立胶囊[J]. 中国新药杂志, 2003, 12(7): 572.