LC - MS分析葡萄糖酸钙锌口服液中葡萄糖酸和盐酸赖氨酸的含量

李志伟[1]，刘丽梅[1,2]，于奕峰[1]，傅德才[1]

(1. 河北科技大学 化学与制药工程学院，河北 石家庄 050018;
2. 成都理工大学 材料与化学化工学院，四川 成都 610059)

葡萄糖酸钙中的钙参与骨骼的形成与骨折后骨组织的再建立以及肌肉收缩、神经传递、凝血抑制，并降低毛细血管的通透性。葡萄糖酸锌中的锌以锌离子的形式存在，利于吸收，锌为体内许多酶的重要组成成分，具有促进生长发育、改善味觉等作用[1]。盐酸赖氨酸具有促进人体生长发育的作用，因此市场上存在很多含有此类物质的口服液，而对于其含量的检测，保障人类的生命安全，也变得尤为重要。目前多采用原子吸收法[2-3]测定葡萄糖酸钙的含量。本文建立了一种可对葡萄糖酸和盐酸赖氨酸同时检测的方法，即高效液相色谱分离，质谱定性的方法。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

岛津高效液相色谱-质谱 (LCMS-2010EV)，乙腈为色谱纯，实验用水为三蒸水，其余试剂为分析纯。

1.2 色谱 - 质谱条件

色谱条件：色谱柱：Shim-Pack HRC-C8 (4.6 ×15 cm i.d)，流动相：乙腈与水体积比 10∶90，流速：0.2 mL/min，柱温：40℃，检测波长：195 nm。

质谱条件：电喷雾离子源，Nebulizing Gas F：1.5 L/min，CDL Temperature：250℃，Heat Block Temperature：200℃，Detector Voltage：1.50 kV，负离子检测模式，葡萄糖酸：m/z 195，盐酸赖氨酸 m/z 145。

1.3 样品处理

将葡萄糖酸钙锌口服液直接稀释 100倍，经 0.45 μm微孔滤膜，色谱分析进样。

2 结果与讨论

(1) 实验中对流动相中乙腈和水的比例进行了优化，流动相中乙腈含量越多，两种物质的分离度越差，出峰时间越早，经过比较优化得到当流动相中乙腈与水的比例为 1∶9时分离最好。其样品色谱图如图 1所示。

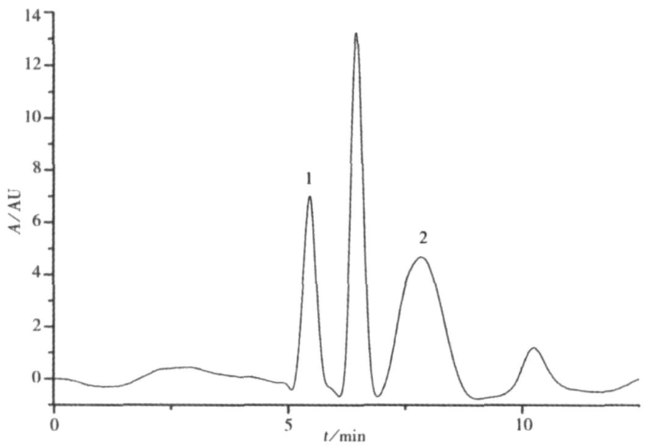

图 1 样品色谱图
1. 葡萄糖酸；2. 盐酸赖氨酸

(2) 葡萄糖酸钙和葡萄糖酸锌在分析中以离子形式存在即以葡萄糖酸离子的形式，葡萄糖酸离子的相对分子质量为 195，盐酸赖氨酸的相对分子质量为 146，其分子离子峰 $[M-1]^-$，即 m/z 145，因此质谱检测中采用 195和 145为定性离子峰。葡萄糖酸和盐酸赖氨酸的质谱图如图 2、图 3所示。

(3) 定量分析 将葡萄糖酸钙和盐酸赖氨酸以一定的浓度比例混合，分别进样 2、5、8、10、15、20 μL，绘制标准曲线，从而对葡萄糖酸和盐酸赖氨酸进行定量分析。葡萄糖酸钙的标准曲线方程为：$Y = 85\ 542X + 2 \times 10^6$，盐酸赖氨酸的标准曲线方程为：$Y = 347\ 695X + 1 \times 10^5$。

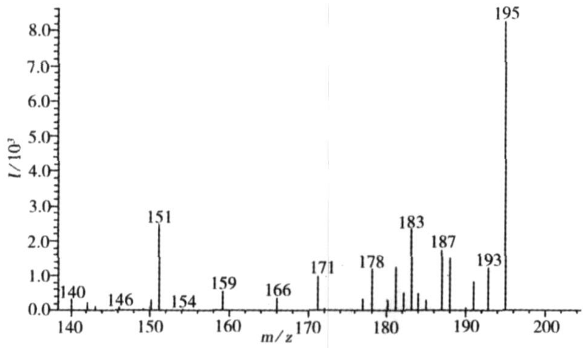

图 2 葡萄糖酸的质谱图
($m/z = 195$ 为葡萄糖酸)

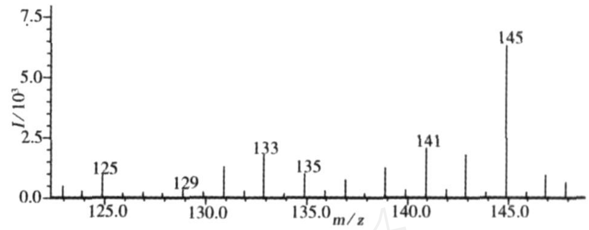

图 3 盐酸赖氨酸的质谱图
($m/z = 145$ 为盐酸赖氨酸)

参考文献：

[1] 孙祥德，高 革，赵俊环，等. 高效液相色谱法同时测定复方葡萄糖酸钙口服溶液中 2组分的含量[J]. 中国药房，2005，16(17)：1334 - 1335.

[2] 胡 洁，方 卫，赵云昆. ICP-AES测定葡萄糖酸钙中 Pb、As、Cd等 9个杂质元素[J]. 光谱实验室. 2006，23(5)：1231 - 1234.

[3] 颜 晗. 原子吸收分光光度法测定葡萄糖酸钙含片的含量[J]. 天津药学，2006，18(5)：12 - 13.

Analysis of Gluconate Acid and Lysine Hydrochloride in Calcium Gluconate and Zinc Gluconate Oral Liquid by LC - MS

LI Zhi-wei[1]，LIU Li-mei[1,2]，YU Yi-feng[1]，FU De-cai[1]

(1. College of Chemicai & Pharmaceutical Engineering, Hebei Universiy of Science and Technology, Shijiazhuang 050018, China; 2. College of Materials and Chemistry & Chemical Engenieering, Chengdu University of Technology, Chengdu 610059, China)

Abstract: Establishing a method to detect the gluconate and lysine hydrochloride in calcium gluconate and zinc gluconate oral liquid by LC - MS. The mobile phase was acetonitrile and water (10∶90), flow rate was 0.2 mL/min, and MS run in negative ion mode. The m/z of gluconic acid was 195, and m/z of lysine hydrochloride was 145.

Key words: Gluconic acid; Lysine hydrochloride; HPLC; Mass spectrometry