

离子色谱法同时测定感冒清热颗粒中9种无机阴离子^Δ

周伟娥^{1*}, 杨立佼¹, 谢巍¹, 蒋受军^{2#} (1. 广西中医药大学药学院, 南宁 530001; 2. 广西玉林食品药品检验所, 广西玉林 537000)

中图分类号 R284.1 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2015)18-2546-04
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2015.18.34

摘要 目的: 建立同时测定感冒清热颗粒中9种无机阴离子(氟离子、甲酸根、氯离子、亚硝酸根、溴离子、硝酸根、硫酸根、草酸根和磷酸根)含量的方法。方法: 采用离子色谱法。色谱柱为 Ion Pac AS11-HC, 流动相为氢氧化钾溶液, 等度洗脱(洗脱浓度 30 mmol/L, 洗脱时间 15 min), 柱温为室温, 进样量为 25 μl。结果: 9种无机阴离子基本达到分离, 线性关系良好, 相关系数分别在 0.999 2~0.999 9 范围内; 精密性、稳定性、重复性试验的 RSD < 3.50%; 平均加样回收率分别在 92.47%~103.51% 范围内, RSD 分别在 0.42%~3.41% 范围内(n=6)。结论: 本方法快速、准确、灵敏、重复性好, 可用于感冒清热颗粒中9种无机阴离子的测定。

关键词 离子色谱法; 感冒清热颗粒; 无机阴离子

Determination of 9 Inorganic Anions in Ganmao Qingre Granules by Ion Chromatography

ZHOU Wei-e¹, YANG Li-jiao¹, XIE Wei¹, JIANG Shou-jun² (1. Guangxi University of Traditional Chinese Medicine, College of Pharmacy, Nanning 530001, China; 2. Guangxi Yulin Institute for Food and Drug Control, Guangxi Yulin 537000, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish the ion chromatography for the mass fractions of 9 inorganic anions (fluoride ion, formate radical, chloride ion, nitrite radical, bromide ion, nitrate radical, sulfate radical, oxalate radical and phosphate radical) in Ganmao qingre granules. METHODS: Ion chromatograph was used. The column was Ion Pac AS11-HC with the mobile phase of potassium hydroxide solution by gradient elution (concentration: 30 mmol/L, time: 15 min), the column temperature was room temperature, the volume was 25 μl. RESULTS: The 9 inorganic anions were basically achieved separation and had good linear relationship with *r* of 0.999 2-0.999 9, respectively; RSDs of precision, stability and reproducibility tests were less than 3.50%. Average recovery was 92.47%-103.51% (RSD=0.42%-3.41%, n=6), respectively. CONCLUSIONS: The established method is fast, accurate, sensitive and repeatable and can be used for the determination of 9 inorganic anions in Ganmao qingre granules.

KEYWORDS Ion chromatography; Ganmao qingre granules; Inorganic anion

续表 1
Continued tab 1

| 编号 | 出峰时间, min | 化合物 | 分子式 | 相对含量, % |
|----|-----------|--------------------------|-----------------------------------|---------|
| 41 | 54.91 | 豆甾醇 | C ₂₉ H ₅₀ O | 5.65 |
| 42 | 56.09 | γ-谷甾醇 | C ₂₈ H ₄₈ O | 24.68 |
| 43 | 58.29 | Stigmasta-3,5-dien-7-one | C ₂₈ H ₄₆ O | 0.21 |

为了减小极性, 改善色谱峰的峰形^[5-6]。本试验采用的碱性甲酯化方法, 因反应时间短, 水解、甲酯化一步完成, 是一种快捷、简便的分析方法。

利用 GC-MS 技术研究中药脂溶性成分有较多文献报道^[7-8], 但对于马蹄蕨脂溶性成分的研究, 目前未见报道。本研究通过提取分离马蹄蕨的脂溶性成分, 并进行甲酯化处理, 采用 GC-MS 技术对其进行分析。结果共检出 52 个成分, 并鉴定出其中的 43 个化合物, 以有机酸和甾醇类化合物的含量较高, 依次为 γ-谷甾醇、棕榈酸、亚油酸、菜油甾醇、油酸和豆甾醇。这 43 个成分均为首次在该药材中被鉴定出。因此, 本研究可

Δ 基金项目: 广西科学研究与技术开发计划项目 (No. 桂科攻 10124008-15)

* 硕士研究生。研究方向: 食品药品分析和安全性评价。E-mail: zhouweietj@126.com

通信作者: 主任药师, 博士。研究方向: 食品药品分析和安全性评价。电话: 0775-2827042。E-mail: 809433745@qq.com

为瑶药马蹄蕨资源的开发利用及进一步系统地研究其化学成分和药效物质基础提供科学的参考依据。

参考文献

- [1] 王用平, 韩见宇, 曾莉莉, 等. 福建观音座莲(马蹄蕨)的繁殖及栽培[J]. 中草药, 1992, 23(7): 389.
- [2] 戴斌. 中国现代瑶药[M]. 南宁: 广西科学技术出版社, 2009: 389-391.
- [3] 叶升儒. 观音座莲生态条件及适应性情况的初步研究[J]. 温州师范学院学报: 自然科学版, 1994(3): 78.
- [4] 江明珠, 颜辉, 闻燕. 马蹄蕨黄酮的纯化及抗氧化活性研究[J]. 安徽农业科学, 2011, 39(26): 15 922.
- [5] 许国旺. 现代实用气相色谱法[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004: 372-374.
- [6] 王静, 向文胜. 现代农业仪器分析应用技术[M]. 哈尔滨: 东北林业大学出版社, 2000: 61-62.
- [7] 吴健, 孙东东, 李祥, 等. 板蓝根脂溶性成分的 GC-MS 分析[J]. 中国药房, 2008, 19(30): 2 354.
- [8] 张芳, 张永清, 马燕, 等. 河北产不同等级金银花药材脂溶性成分的 GC-MS 分析[J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 19(11): 57.

(收稿日期: 2014-11-24 修回日期: 2015-01-06)

(编辑: 余庆华)

感冒清热颗粒是经典的中成药方,主要由荆芥穗、葛根、薄荷和芦根等中药材经适宜的加工而制成的颗粒剂,具有疏风散寒、解表清热的功效,临床上主要用于治疗风寒感冒、恶寒身痛、头痛发热以及咳嗽咽干等^[1]。目前,感冒清热颗粒质量控制的研究主要集中在对其中药材如葛根和薄荷等主要成分的质量标准评价或质量分数测定上,而对该中成药的无机离子研究较少^[2-4]。该中成药中含多味中药,化学成分复杂,药效是其多种有效成分共同作用的结果。根据现代中医理论研究,有效成分不仅包括有机成分,也包括多种无机离子成分^[5],但既往药物研究时往往忽视无机离子的存在。由于药物在生产 and 贮藏过程中常常会引入或水解产生某些含阴、阳离子的成分,这些阴、阳离子不仅可直接或间接地影响药品的质量,而且某些本身含有阴、阳离子或经过预处理后形成阴、阳离子的药品的主成分或杂质可以通过检测阴、阳离子而被测定,所以药物分析中无机离子的检测越来越受到关注^[6-8]。

离子色谱法是在高效液相色谱法和经典离子交换色谱法的基础上发展起来的一种分析离子性物质的液相色谱方法。因其具有操作速度快、工作效率高、分析能力强、结果准确、可同时分析多种离子组分等优点,而被广泛应用于环境、食品和医药分析等方面^[9-12],中药中的离子分析也有少量报道^[8]。为更全面地说明感冒清热颗粒的物质基础组成,进一步为其质量的有效性、可控性和安全性提供保障,有必要对感冒清热颗粒的无机离子成分进行研究。为此,本试验采用去离子水溶解样品,建立了以离子色谱法同时测定感冒清热颗粒中9种无机阴离子含量的方法。

1 材料

ICS-2100型离子色谱仪(美国Dionex公司);SAX SPE AccuBond阴离子固相萃取小柱(美国Agilent公司);Milli-Q超纯水处理系统(美国Millipore公司);AB204-S电子天平(感量:0.0001g,瑞士Mettler-Toledo公司);高速台式冷冻离心机(美国Beckman-Coulter公司);KQ-500DE超声仪(昆山市超声仪器有限公司);尼龙66滤膜(0.22 μm,天津津腾实验设备有限公司)。

氟离子、甲酸根、氯离子、亚硝酸根、溴离子、硝酸根、硫酸根、草酸根、磷酸根质量浓度均为1 000 mg/L,均购于中国计量科学研究院;感冒清热颗粒(山东三九药业有限公司,批号:1406262;北京北卫药业有限责任公司,批号:141005;北京东升制药有限公司,批号:14480601;北京同仁堂科技发展股份有限公司,批号:13111765、14111717、14111696),6个批次的感冒清热颗粒规格均为12 g/袋。氢氧化钾溶液为色谱纯,去离子水由Milli-Q超纯水系统生成。

2 方法与结果

2.1 溶液的制备

2.1.1 混合阴离子标准溶液 分别精密移取氟离子、甲酸根、氯离子、亚硝酸根、溴离子、硝酸根、硫酸根、草酸根、磷酸根的对照品1 ml,置于同一10 ml量瓶中,加水溶解成100 μg/ml的混合阴离子标准贮备液。依次取10、50、100、200、500、1 000、2 000 μl混合阴离子标准贮备液分别至10 ml量瓶中,用去离子水定容至刻度,分别制成0.1、0.5、1、2、5、10、20 μg/ml的混合阴离子标准溶液。

2.1.2 供试品溶液 取本品1.0 g,精密称定(精确至0.0001 g),置于250 ml锥形瓶中,加入去离子水100 ml,超声(功率:500 W,频率:40 kHz)处理15 min,摇匀,静置至室温后,以离心半径3 cm、3 500 r/min离心10 min后,吸取上清液,用微孔滤

膜(0.22 μm)滤过,即得供试品溶液。

2.1.3 空白对照溶液 取去离子水100 ml,超声(功率:500 W,频率:40 kHz)处理15 min,摇匀,静置至室温后,以离心半径3 cm、3 500 r/min离心10 min后,吸取上清液,用微孔滤膜(0.22 μm)滤过,即得空白对照溶液。

2.2 色谱条件

色谱柱:IonPac AS11-HC阴离子交换柱(250 mm×4 mm,5 μm),IonPac AG11-HC保护柱(50 mm×4 mm,5 μm);柱温:室温;以氢氧化钾溶液等度洗脱(30 mmol/L),洗脱时间:15 min;抑制器:ASRS 300型(4 mm),自循环抑制模式,抑制电流:75 mA;进样量:25 μl。混合阴离子标准溶液、供试品溶液和空白对照溶液离子色谱谱见图1。

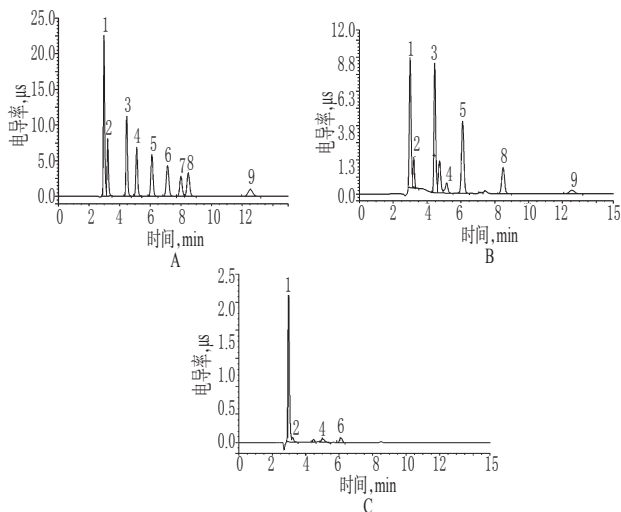


图1 离子色谱图

A.混合阴离子标准溶液;B.供试品溶液;C.空白对照溶液;1.氟离子;2.甲酸根;3.氯离子;4.亚硝酸根;5.溴离子;6.硝酸根;7.硫酸根;8.草酸根;9.磷酸根

Fig 1 Ion chromatography

A.mixed anion reference solution; B.test sample solution; C.blank control solution; 1.fluoride ion; 2.formate radical; 3.chloride ion; 4.nitrite radical; 5.bromide ion; 6.nitrate radical; 7.sulfate radical; 8.oxalate radical; 9.phosphate radical

2.3 方法学考察

2.3.1 线性关系 取“2.1.1”项下混合对照品溶液适量,按“2.2”项下色谱条件进样测定,以质量浓度(x , μg/ml)为横坐标、峰面积(y)为纵坐标绘制标准曲线,回归方程和相关系数详见表1。

表1 线性回归方程、检测限和定量限

Tab 1 Linear regression equation, detection limit and quantification limit

| 无机阴离子 | 回归方程 | r | 线性范围, μg/ml | 检测限, μg/ml | 定量限, μg/ml |
|-------|--------------------|--------|-------------|------------|------------|
| 氟离子 | $y=0.2980x+0.8012$ | 0.9992 | 0.1~20 | 0.006 | 0.015 |
| 甲酸根 | $y=0.1327x+0.2207$ | 0.9994 | 0.1~20 | 0.012 | 0.020 |
| 氯离子 | $y=0.2746x-0.0410$ | 0.9999 | 0.1~20 | 0.005 | 0.012 |
| 亚硝酸根 | $y=0.1679x+0.0981$ | 0.9997 | 0.1~20 | 0.006 | 0.014 |
| 溴离子 | $y=0.2003x-0.0261$ | 0.9999 | 0.1~20 | 0.002 | 0.011 |
| 硝酸根 | $y=0.1426x+0.1396$ | 0.9993 | 0.1~20 | 0.003 | 0.014 |
| 硫酸根 | $y=0.1141x-0.0355$ | 0.9999 | 0.1~20 | 0.008 | 0.022 |
| 草酸根 | $y=0.1540x-0.0677$ | 0.9996 | 0.1~20 | 0.009 | 0.024 |
| 磷酸根 | $y=0.1744x+0.1140$ | 0.9998 | 0.1~20 | 0.012 | 0.030 |

2.3.2 检测限和定量限 取“2.1.1”项下 2 $\mu\text{g/ml}$ 混合阴离子标准溶液适量,按“2.2”项下色谱条件分别注入离子色谱仪测定,确定检测限(信噪比为 3:1)和定量限(信噪比为 10:1),结果详见表 1。

2.3.3 精密度试验 取“2.1.1”项下 5 $\mu\text{g/ml}$ 混合阴离子标准溶液适量,按“2.2”项下色谱条件连续进样 6 次,记录峰面积。结果,氟离子、甲酸根、氯离子、亚硝酸根、溴离子、硝酸根、硫酸根、草酸根、磷酸根峰面积的 RSD 分别为 1.6%、1.3%、0.3%、0.8%、0.2%、0.7%、0.5%、0.9%、1.1%,表明仪器的精密度良好,符合分析要求。

2.3.4 稳定性试验 取同一供试品溶液(批号:1406262),分别于制备后 0.2、4、6、8、10 h 时,按“2.2”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,氟离子、甲酸根、氯离子、亚硝酸根、溴离子、草酸根、磷酸根峰面积的 RSD 分别为 3.46%、2.34%、1.95%、3.00%、0.58%、1.88%、1.29%,均 < 3.50%,表明供试品溶液在 10 h 内各离子稳定性基本良好。

2.3.5 重复性试验 取同一批样品(批号:1406262)适量,共 6 份,加入“2.1.1”项下 20 $\mu\text{g/ml}$ 的混合阴离子标准溶液 1 ml,按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液,按“2.2”项下色谱条件进样测定。结果,氟离子、甲酸根、氯离子、亚硝酸根、溴离子、硝酸根、硫酸根、草酸根、磷酸根峰面积的 RSD 分别为 2.0%、1.4%、1.7%、1.0%、1.6%、0.8%、1.1%、1.3%、1.7%,表明本方法重复性良好。

2.3.6 加样回收率试验 称取同一批样品(批号:1406262),共 18 份,每份约为 1.0 g,其中 6 份中加入“2.1.1”项下 100 $\mu\text{g/ml}$ 的混合阴离子标准溶液 1 ml,另外 6 份中加入 200 $\mu\text{g/ml}$ 的混合阴离子标准溶液 1 ml,剩余 6 份中加入 500 $\mu\text{g/ml}$ 的混合阴离子标准溶液 1 ml。按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液,按“2.2”项下色谱条件进样测定,结果详见表 2。结果表明,9 种无机阴离子平均加样回收率在 92.47%~103.51% 范围内,RSD 在 0.13%~3.41% 之间,表明该方法较为准确。

2.4 样品含量测定

表 2 加样回收率试验结果 ($n=6$)

Tab 2 Results of recovery test ($n=6$)

| 无机阴离子 | 样品中离子平均已知含量,mg | 低质量浓度 | | | 中质量浓度 | | | 高质量浓度 | | |
|-------|----------------|--------|-----------|-------|--------|-----------|-------|--------|-----------|-------|
| | | 加入量,mg | 平均加样回收率,% | RSD,% | 加入量,mg | 平均加样回收率,% | RSD,% | 加入量,mg | 平均加样回收率,% | RSD,% |
| 氟离子 | 0.68 | 0.1 | 103.51 | 3.12 | 0.2 | 101.01 | 1.02 | 0.5 | 99.52 | 1.02 |
| 甲酸根 | 0.05 | 0.1 | 95.80 | 2.42 | 0.2 | 93.32 | 0.31 | 0.5 | 93.14 | 1.21 |
| 氯离子 | 1.04 | 0.1 | 92.47 | 1.21 | 0.2 | 93.01 | 0.72 | 0.5 | 97.43 | 0.13 |
| 亚硝酸根 | 0.18 | 0.1 | 93.94 | 2.03 | 0.2 | 96.11 | 0.87 | 0.5 | 93.01 | 0.72 |
| 溴离子 | 1.11 | 0.1 | 96.89 | 1.31 | 0.2 | 98.64 | 1.03 | 0.5 | 99.86 | 0.83 |
| 硝酸根 | 0 | 0.1 | 99.48 | 3.21 | 0.2 | 96.87 | 1.23 | 0.5 | 97.17 | 1.21 |
| 硫酸根 | 0 | 0.1 | 99.86 | 3.41 | 0.2 | 92.96 | 1.78 | 0.5 | 93.25 | 0.67 |
| 草酸根 | 1.23 | 0.1 | 94.73 | 0.91 | 0.2 | 93.01 | 1.47 | 0.5 | 96.39 | 1.24 |
| 磷酸根 | 0.11 | 0.1 | 99.92 | 1.31 | 0.2 | 97.24 | 0.82 | 0.5 | 94.31 | 0.42 |

取 6 批样品各适量,按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液,按“2.2”项下色谱条件进样分析,用标准曲线法计算含量,结果详见表 3。结果,感冒清热颗粒中 9 种无机阴离子的含量在 103.4~1361.3 $\mu\text{g/g}$ 范围内。

表 3 样品含量测定结果 ($n=6, \mu\text{g/g}$)

Tab 3 Results of content determination of samples ($n=6, \mu\text{g/g}$)

| 无机阴离子 | 样品编号 | | | | | |
|-------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 氟离子 | 675.0 | 681.2 | 668.9 | 671.8 | 669.1 | 686.5 |
| 甲酸根 | 499.6 | 502.3 | 479.8 | 482.7 | 492.1 | 489.6 |
| 氯离子 | 1037.8 | 1012.8 | 1043.7 | 1021.2 | 1032.3 | 1011.7 |
| 亚硝酸根 | 176.2 | 178.1 | 182.7 | 179.3 | 169.7 | 168.9 |
| 溴离子 | 1108.3 | 1101.4 | 1202.5 | 1171.7 | 1128.9 | 1211.3 |
| 硝酸根 | - | - | - | - | - | - |
| 硫酸根 | - | - | - | - | - | - |
| 草酸根 | 1232.3 | 1361.3 | 1321.7 | 1234.3 | 1194.5 | 1273.5 |
| 磷酸根 | 107.2 | 103.4 | 107.3 | 105.9 | 105.9 | 108.7 |

注:“-”表示未检测到

Note:“-” means it was not detected

3 讨论

3.1 色谱分离条件

目前,离子色谱的流动相应用较多的是碳酸钠(Na_2CO_3)/碳酸氢钠(NaHCO_3)缓冲溶液和氢氧化钾溶液,因为这两种溶液可通过抑制器的抑制反应来生成低电导的化合物。而本试验发现,相比 $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{NaHCO}_3$ 缓冲溶液,氢氧化钾溶液对阴离

子的分离能力更强,适于复杂基质中阴离子的分离。通过氢氧化钾溶液的等度洗脱可达到较好的分离。但洗脱溶液浓度过高,分离不理想;而浓度过低,分析时间会延长。试验表明,该方法洗脱浓度为 30 mmol/L,在 15 min 内能实现良好分离。

3.2 样品前处理优化

通过阴离子固相萃取小柱(SAX SPE)净化样品后回收率为 66.3%~73.6%,而直接用水溶解样品、混匀离心、过膜后回收率可达到 92.47%~103.51%。考虑到感冒清热颗粒属于经典的中成药方,相对来说纯度较高,杂质干扰较少,同时离子色谱法排除干扰能力也较强,故本试验直接通过水溶解样品、混匀离心再过膜,结果基本满意。

3.3 样品测定结果

从样品色谱图中可见,氯离子和硝酸根后各有一个色谱峰,可能是本试验未进行检测的离子,根据笔者以往经验考虑,可能为溴酸根离子或氯酸根离子,有待进一步的确定。本试验测定结果表明,样品中氟离子、氯离子、溴离子和草酸根含量明显比其他离子高,1.0 g 样品溶于 400 ml 水中,4 种离子质量浓度分别约为 3.66、4.06、4.36、4.58 mg/L;而感冒清热颗粒一般 12 g/袋,若用 400 ml 饮用水溶解,质量浓度将分别为 43.92、48.72、52.32、54.96 mg/L。国家标准 GB5749-2006《生活饮用水卫生标准》规定氟化物质量浓度不超过 1.0 mg/L,氯化物的质量浓度不超过 250 mg/L。可见,该药氟离子的质量浓度相当高,有必要控制该药及其他口服中成药中氟离子的质量浓度,具体的标准有待进一步的研究。

综上所述,本方法快速、准确、灵敏、重复性好,可用于感

HPLC法同时测定三维葡磷钙咀嚼片中维生素B₁、维生素B₂的含量

李丹凤*(广西壮族自治区食品药品检验所, 南宁 530021)

中图分类号 R917 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2015)18-2549-03

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2015.18.35

摘要 目的:建立同时测定三维葡磷钙咀嚼片中维生素B₁、维生素B₂含量的方法。方法:采用高效液相色谱法。色谱柱为Inertsil C₁₈,流动相为含1%三乙胺的0.02 mol/L庚烷磺酸钠溶液(磷酸调pH至5.5)-甲醇(74:26, V/V),检测波长为260 nm,流速为1.0 ml/min,柱温为30 ℃,进样量为20 μl。结果:维生素B₁、维生素B₂质量浓度分别在0.22~1.10、0.22~1.09 μg/ml范围内与各自峰面积呈良好的线性关系($r=0.999\ 8$ 、 $0.999\ 7$);精密性、稳定性、重复性试验的RSD<1%;平均加样回收率分别为99.66%、100.31%,RSD分别为0.96%、0.92%($n=9$)。结论:本方法简便、准确度高,可用于三维葡磷钙咀嚼片中维生素B₁、维生素B₂的含量测定。

关键词 三维葡磷钙咀嚼片;高效液相色谱法;维生素B₁;维生素B₂;含量测定

Content Determination of Vitamin B₁ and Vitamin B₂ in Trivitamin and Calcium Gluconate, Calcium Hydrogen Phosphate Chewable Tablets by HPLC

LI Dan-feng(Guangxi Zhuang Autonomous Region Institute for Food and Drug Control, Nanning 530021, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method for the content determination of vitamin B₁ and vitamin B₂ in Trivitamin and calcium gluconate, calcium hydrogen phosphate chewable tablets. METHODS: HPLC was conducted. The column was Inertsil C₁₈ with the mobile phase of 1% triethylamine contained 0.02 mol/L of sodium heptane solution (pH was adjusted to 5.5 by phosphate) - methanol (74:26, V/V) at the flow rate of 1.0 ml/min, the detection wavelength was 260 nm, temperature was 30 ℃ and the volume was 20 μl. RESULTS: There was a good linear relationship between the quality concentration of vitamin B₁ and peak area in the range of 0.22-1.10 μg/ml ($r=0.999\ 8$) and vitamin B₂ was in the range of 0.22-1.09 μg/ml ($r=0.999\ 7$). The RSDs of precision, reproducibility and stability tests were all less than 1%; the average recovery was respectively 99.66% (RSD=0.96%, $n=9$) and 100.31% (RSD=0.92%, $n=9$). CONCLUSIONS: The method is simple, accurate, sensitive and reliable and suitable for the content determination of vitamin B₁ and vitamin B₂ in Trivitamin and calcium gluconate, calcium hydrogen phosphate chewable tablets.

KEYWORDS Trivitamin and calcium gluconate, calcium hydrogen phosphate chewable tablets; HPLC; Vitamin B₁; Vitamin B₂; Content determination

冒清热颗粒中9种无机阴离子的测定和质量控制。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:一部[S]. 2010年版. 北京:中国医药科技出版社, 2010:1 185.
- [2] 马丽端, 于密密, 傅欣彤, 等. 感冒清热颗粒挥发油特征图谱及薄荷酮和胡薄荷酮的含量测定[J]. 药物分析杂志, 2012, 32(8):1 374.
- [3] 桑旭峰. GC法测定感冒清热颗粒中薄荷脑和胡薄荷酮的含量[J]. 中国中医药科技, 2013, 20(4):376.
- [4] 耿榕徽, 王春民, 杨宇杰, 等. 气相色谱法同时测定感冒清热颗粒药材中薄荷醇、胡薄荷酮、紫苏醛含量[J]. 中国医院药学杂志, 2014, 34(6):447.
- [5] 杨绍美, 陆建平, 曹家兴, 等. 离子色谱同时测定中草药中磷硫含量[J]. 分析实验室, 2011, 30(7):119.
- [6] 韩勛, 靳朝东. 阴离子、阳离子检测方法研究进展[J]. 现代

药物与临床, 2012, 27(2):162.

- [7] 余敏灵, 王小林, 陈文秋, 等. 离子色谱法测定白芷中二氧化硫的含量[J]. 泸州医学院学报, 2014, 37(5):496.
- [8] 魏惠珍, 卢欢, 邓杰华, 等. 离子色谱法测定大承气汤中硫酸根离子含量及不确定度评价[J]. 时珍国医国药, 2013, 24(5):1 074.
- [9] 蔡卓夫. 离子色谱法定量测定硝酸异山梨酯片中硝酸盐的含量[J]. 中国药房, 2014, 25(1):78.
- [10] 李骥超, 王小燕, 欧阳荔, 等. 离子色谱-电感耦合等离子体质谱联用测定中成药、水体及饮料中痕量BrO₃⁻及Br⁻[J]. 光谱学与光谱分析, 2010, 30(11):3 136.
- [11] 魏益华, 张金艳, 戴廷灿, 等. 离子色谱法测定地沟油和食用油中氯离子含量[J]. 食品科学, 2011, 32(12):213.
- [12] 翟家骥. 离子色谱技术在污水监测中的应用和发展趋势[J]. 化学分析计量, 2010, 19(1):87.

(收稿日期:2015-01-20 修回日期:2015-02-11)

(编辑:余庆华)

* 主管药师。研究方向:化学药品、抗生素药品、化妆品的检验与研究。电话:0771-5828448。E-mail:lidanfeng@126.com