

HPLC 测定混合糖电解质注射液中果糖、葡萄糖和木糖醇的含量

张小丽(长兴县人民医院, 浙江 湖州 313100)

摘要: 目的 建立混合糖电解质注射液中果糖、葡萄糖和木糖醇的含量测定方法。方法 色谱柱: Waters Sugar Pak I(300 mm×6.5 mm); 流动相: 水; 流速: 0.5 mL·min⁻¹; 示差折光检测器。结果 果糖、葡萄糖和木糖醇峰分离度良好; 果糖的线性范围为 20~100 μg($r=0.999\ 9$); 平均回收率为 99.53%, RSD=0.81%($n=9$); 葡萄糖的线性范围为 40~200 μg($r=0.999\ 7$); 平均回收率为 99.75%, RSD=0.47%($n=9$); 木糖醇的线性范围为 10~50 μg($r=0.999\ 7$); 平均回收率为 99.78%, RSD=1.02%($n=9$)。结论 本方法简便、准确, 可用于混合糖电解质注射液中果糖、葡萄糖和木糖醇的含量测定。

关键词: 混合糖电解质注射液; 果糖; 葡萄糖; 木糖醇; 高效液相色谱法

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2011)07-0676-03

Determination of Fructose, Glucose and Xylitolum in Carbohydrate and Electrolyte Injection by HPLC

ZHANG Xiaoli(*Changxing People's Hospital, Huzhou 313100, China*)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method for determination of fructose, glucose and xylitolum in carbohydrate and electrolyte injection by HPLC. **METHODS** A Waters Sugar Pak I column (300 mm×6.5 mm) was used with the mobile phase of water. Flow rate was 0.5 mL·min⁻¹. The tests were carried out by refractive index detector. **RESULTS** The resolution among fructose, glucose and xylitolum were good. The linear range of fructose was 20–100 μg($r=0.999\ 9$), with average recovery of 99.53%, RSD=0.81%($n=9$). The linear range of glucose was 40–200 μg ($r=0.999\ 7$), with average recovery of 99.75%, RSD=0.47%($n=9$). The linear range of xylitolum was 10–50 μg ($r=0.999\ 7$), with average recovery of 99.78%, RSD=1.02%($n=9$). **CONCLUSION** The established method is simple, sensitive and reproducible, and suitable for the quality control of multiple electrolytes and invert sugar injection.

KEY WORDS: carbohydrate and electrolyte injection; fructose; glucose; xylitolum; HPLC

混合糖电解质注射液(carbohydrate and electrolyte injection)具有代谢完全、供能高、血糖波动小、胰岛素依赖较少等特点, 适用于糖尿病、术后、烧伤、外伤和菌血症等耐糖低的病人的能量、水分及电解质的补充, 尤其适用于存在应激

状态, 机体糖代谢发生改变, 存在胰岛素抵抗的危重病患者的补液治疗^[1-2]。

本试验通过对混合糖电解质注射液中果糖、葡萄糖和木糖醇含量测定的方法进行研究, 目的在于建立一种简易、准确, 适于生产实际的含量

作者简介: 张小丽, 女, 副主任药师 Tel: 13511266663 E-mail: zxleye@163.com

测定方法,为药品的质量控制提供参考。

1 仪器及试剂

Agilent 1100 高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司), G1362A 示差折光检测器;工作站: Agilent Rev.B.02.01。

混合糖电解质注射液(江苏正大丰海制药有限公司,规格:500 mL,批号:1004131,1006191,0911262)。果糖对照品(批号:100231-200303,纯度:100.0%)、D-无水葡萄糖(批号:110833-200904,纯度:100.0%)、木糖醇(批号:100463-200401,纯度:100.0%)均购自中国药品生物制品检定所。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与溶液配制

色谱柱: Waters Sugar Pak I(300 mm×6.5 mm);流动相:水;检测器温度:40℃;流速:0.5 mL·min⁻¹;进样体积:20 μL。

取本品,精密量取适量(约相当于果糖 30 mg),置 10 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;精密称取对照品果糖 30 mg、D-无水葡萄糖 60 mg 和木糖醇 15 mg,置同一 10 mL 量瓶,加水溶解并定量稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。分别精密量取对照品溶液和供试品溶液各 20 μL,注入液相色谱仪,记录色谱图,外标法以峰面积计算含量。

2.2 专属性试验

分别精密称取对照品果糖、D-无水葡萄糖和木糖醇各 30 mg,分置 3 个 10 mL 量瓶,加水溶解并定量稀释至刻度,摇匀,分别精密量取 20 μL,注入液相色谱仪,记录色谱图;按“2.1”项下方法配制对照品溶液,精密量取 20 μL,注入液相色谱仪,记录色谱图。

精密称取氯化镁(MgCl₂·6H₂O)0.510 g、氯化钙(CaCl₂·2H₂O)0.370 g、氯化钠 1.460 g、乙酸钠(C₂H₃O₂Na·3H₂O)0.820 g、磷酸氢二钾 1.740 g、硫酸锌(ZnSO₄·7H₂O)1.400 mg、亚硫酸氢钠 0.420 g、枸橼酸 0.1 g,置同一 1 000 mL 量瓶中,加水溶解并定量稀释至刻度,摇匀,作为空白辅料溶液,精密量取 20 μL,注入液相色谱仪,记录色谱图。结果葡萄糖与果糖峰的分离度为 2.1,果糖与木糖醇峰的分离度为 1.8,理论板数以果糖峰计为 1 370,以葡萄糖峰和木糖醇峰计分别为 1 145,1 470。见图 1。

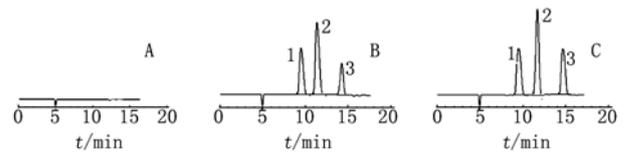


图 1 高效液相色谱图

A-空白; B-对照品; C-供试品; 1-葡萄糖; 2-果糖; 3-木糖醇

Fig 1 HPLC chromatograms

A-blank; B-standard; C-sample; 1-glucose; 2-fructose; 3-xylytolulom

2.3 标准曲线制备

分别取对照品果糖 250 mg、D-无水葡萄糖 500 mg 和木糖醇 125 mg,精密称定,置 25 mL 量瓶,加水溶解并定量稀释至刻度,摇匀,作为储备液。再精密量取该储备液 1, 2, 3, 4, 5 mL,分别置 10 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。分别精密量取 20 μL,注入液相色谱仪,记录色谱图。以峰面积(A)对浓度(C)进行线性回归,得果糖回归方程 $A=381\ 142C-1\ 161.4(r=0.999\ 9)$,葡萄糖回归方程 $A=381\ 523C+942.2(r=0.999\ 7)$,木糖醇回归方程 $A=379\ 758C+1\ 083.3(r=0.999\ 7)$ 。结果表明,果糖在 20~100 μg、葡萄糖在 40~200 μg、木糖醇在 10~50 μg 内时,其峰面积与进样量呈良好的线性关系。

2.4 仪器精密度试验

分别精密称取批号为 1004131 样品 1 mL,置 10 mL 量瓶,加水溶解并定量稀释至刻度,摇匀,精密量取 20 μL,注入液相色谱仪,连续进样 5 次,结果果糖峰面积 RSD=0.21%;葡萄糖峰面积 RSD=0.23%;木糖醇峰面积 RSD=0.22%。

2.5 稳定性试验

精密量取批号为 1004131 样品 1 mL,置 10 mL 量瓶,加水定量稀释至刻度,分别在配制后 0, 2, 4, 6, 8 h,精密量取 20 μL,注入液相色谱仪,记录色谱图。结果果糖峰面积 RSD=0.20%;葡萄糖峰面积 RSD=0.21%;木糖醇峰面积 RSD=0.25%。

2.6 重复性试验

精密量取批号为 1004131 样品 1 mL,置 10 mL 量瓶,加水稀释至刻度,重复配制 6 次,分别测定含量。结果果糖平均含量为 99.61%,RSD=0.34%;葡萄糖平均含量为 99.25%,RSD=0.39%;木糖醇平均含量为 99.05%,RSD=0.41%。

2.7 回收率试验

取对照品果糖 24, 30, 36 mg 各 3 份,D-无

水葡萄糖 48, 60, 72 mg 各 3 份, 木糖醇 12, 15, 18 mg 各 3 份, 精密称定, 依次置 9 个 10 mL 量瓶中, 加“2.2”项下空白辅料溶液溶解并定量稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 20 μ L, 注入液相色谱仪,

记录色谱图, 计算回收率。结果果糖平均回收率为 99.53%, RSD=0.81%; 葡萄糖平均回收率为 99.75%, RSD=0.47%; 木糖醇平均回收率为 99.78%, RSD=1.02%。结果见表 1。

表 1 回收率试验(n=9)

Tab 1 Results of recovery test(n=9)

加入量/mg			测得量/mg			回收率/%		
果糖	葡萄糖	木糖醇	果糖	葡萄糖	木糖醇	果糖	葡萄糖	木糖醇
24.18	48.27	12.11	24.12	48.13	12.22	99.8	99.7	100.9
23.87	47.88	11.98	24.17	47.47	11.76	101.3	99.1	98.2
24.03	48.12	12.03	23.89	48.11	12.11	99.4	100.0	100.7
30.19	60.35	15.22	29.68	60.17	15.09	98.3	99.7	99.2
30.41	60.18	15.28	30.26	60.01	15.13	99.5	99.7	99.0
30.17	59.65	15.09	30.09	59.12	15.24	99.7	99.1	101.0
36.19	71.73	18.03	35.79	71.67	18.11	98.9	99.9	100.4
36.32	72.03	18.23	35.99	72.54	18.19	99.1	100.7	99.8
35.97	71.85	17.87	35.89	71.68	17.67	99.8	99.8	98.9

2.8 样品测定

取本品各批样品, 精密量取适量 1 mL, 置 10 mL 量瓶, 加水定量稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液; 精密称取对照品果糖 30 mg、D-无水葡萄糖 60 mg 和木糖醇 15 mg, 置同一 10 mL 量瓶, 加水溶解并定量稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。分别精密量取对照品溶液和供试品溶液各 20 μ L, 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 外标法以峰面积计算含量。结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果(n=2)

Tab 2 Results of sample determination(n=2)

批号	果糖/%	葡萄糖/%	木糖醇/%
1004131	99.1	99.3	98.7
1006191	99.8	99.8	99.9
0911262	99.6	99.8	99.5

3 讨论

在中国药典 2005 年版二部的记载中, 对制剂中葡萄糖的含量测定多采用旋光法。但采用该法测定葡萄糖的含量容易受到实验室的温度、溶剂、仪器性能及原辅料的干扰等因素的影响, 导致测定误差较大, 且不适用于多个单糖成分的同时测定。而对于制剂中果糖及木糖含量的测定文献报

道较少, 且多采用有机溶剂作为流动相^[3-4]。示差折光检测器为通用浓度型检测器, 是基于样品组分的折射率与流动相溶剂折射率有差异, 当组分洗脱出来时, 会引起流动相折射率的变化, 这种变化与样品组分的浓度成正比。本实验采用示差折光检测器, 建立了高效液相色谱法, 用于同时测定混合糖电解质注射液中果糖和葡萄糖、木糖醇的含量。该方法简便、易操作, 准确性好, 精密度高, 可作为药品含量测定的方法。

REFERENCES

- [1] WANG X Y, LI N, PENG N H, et al. Effect of carbohydrate-electrolyte solution on the fluid balance and glucose metabolism in patients after major abdomen operations [J]. Chin J Pract Surg(中国实用外科杂志), 2007, 27(12): 990-992.
- [2] HE Z J, ZHOU Z J, ZHOU M G, et al. Effect of carbohydrate-electrolyte solution in critical patients [J]. J Clin Surg(临床外科杂志), 2009, 17(3): 214-215.
- [3] LANG W Y, FENG W J. Determination of fructose and glucose in invert sugar for injection by HPLC-RID [J]. Chin J Biochem Pharm(中国生化药物杂志), 2007, 28(2): 116-117.
- [4] ZHANG T, LIU Y Q, ZHANG S W. Determination of sugar in invert sugar by HPLC [J]. J Jiangnan Univ(江汉大学学报), 2004, 32(2): 23-24.

收稿日期: 2010-08-20