

HPLC-ELSD 测定蔗糖硬脂酸酯中的游离蔗糖

冯丰湊^{1,2}, 李清^{1*}, 邱颖姮², 郭晓鸥², 李曙光² (1.沈阳药科大学药学院, 沈阳 110016; 2.深圳市药品检验所, 广东 深圳 518057)

摘要: 目的 建立高效液相色谱法测定蔗糖硬脂酸酯中的游离蔗糖。方法 以氨基键合硅胶为填充剂, 流动相 A 为醋酸铵溶于乙腈中配制成 $10\ \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的溶液; 流动相 B 为醋酸铵溶于四氢呋喃-水(90:10)的混合溶液中配制成 $10\ \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的溶液, 梯度洗脱, 蒸发光散射检测器。结果 蔗糖在 $0.25\sim 2.5\ \text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 内线性关系良好, 回收率为 100.5%, RSD 为 0.8%。结论 该方法灵敏度高、专属性强, 可用于蔗糖硬脂酸酯中游离蔗糖的测定。

关键词: 蔗糖硬脂酸酯; 游离蔗糖; 高效液相色谱; 蒸发光散射检测; 测定

中图分类号: R917.1

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2014)01-0093-03

Determination of Free Sucrose in Sucrose Stearate by HPLC-ELSD

FENG Fengcou^{1,2}, LI Qing^{1*}, QIU Yingheng², WU Xiao'ou², LI Shuguang² (1.School of Pharmacy, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang 110016, China; 2.Shenzhen Institute for Drug Control, Shenzhen 518057, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish an HPLC-ELSD method for the determination of the free sucrose in sucrose stearate. **METHODS** A NH_2 column was used with mobile phase A of $10\ \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ammonium acetate in acetonitrile and mobile phase B of $10\ \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ammonium acetate in tetrahydrofuran-water(90:10) by gradient elution. Evaporative light scattering detector was used. **RESULTS** The calibration curve of sucrose was linear in the concentration range of $0.25\sim 2.5\ \text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$. The average recovery was 100.5% with RSD of 0.8%. **CONCLUSION** The method is sensitive, selective, and can be used for the determination of free sucrose in sucrose stearate.

KEY WORDS: sucrose stearate; free sucrose; HPLC; ELSD; determination

蔗糖除直接食用外, 主要用作食品、医药工业的原料和辅料。随着科技的不断发展, 利用蔗糖可获得一系列化工产品, 其中蔗糖硬脂酸酯就是蔗糖的深加工产品。蔗糖结构上有 8 个羟基, 可与酸反应形成糖酯, 蔗糖硬脂酸酯是蔗糖与正羧酸反应生成的一大类有机化合物的总称^[1]。中国药典 2010 年版收载的蔗糖硬脂酸酯的游离蔗糖检查方法为 TLC-UV 法^[2], 该方法操作步骤繁琐且干扰因素多, 不能定量测定游离蔗糖的含量。本研究建立了 HPLC-ELSD 测定蔗糖硬脂酸酯中游离蔗糖的方法, 结果准确, 方法重现性好、专属性高。

1 仪器与试剂

Agilent1200 高效液相色谱仪, 含安捷伦工作站(美国 Agilent 公司); Alltech ELSD3300 蒸发光散射检测器(美国 Alltech 公司)

蔗糖硬脂酸酯(湖北巨顺宏生物化工有限公司, 批号: 20121009, 20121008, 20121007 和 20120930); 蔗糖对照品(批号: 111507-200302, 五氧化二磷减压干燥 12 h 后使用, 纯度 100.0%)购自

中国食品药品检定研究院; 乙腈和四氢呋喃均为色谱纯, 醋酸铵为分析纯。

2 方法与结果

2.1 溶液配制

稀释液: 四氢呋喃-水(87.5:12.5)。

对照品溶液: 取蔗糖对照品适量, 分别加稀释液溶解并定量稀释制成每 1 mL 中约含 0.25, 0.50, 1.0, 2.0, 2.5 mg 的溶液, 作为系列对照品溶液。

供试品溶液: 取蔗糖硬脂酸酯适量, 加稀释液溶解并定量稀释制成每 1 mL 中约含蔗糖硬脂酸酯 50 mg 的溶液。

2.2 色谱条件

色谱柱 Athena NH_2 柱(4.6 mm $\times$ 250 mm, 5 μm); 流动相 A: 醋酸铵溶于乙腈中配制成 $10\ \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的溶液; 流动相 B: 醋酸铵溶于四氢呋喃-水(90:10)的混合溶液, 配制成 $10\ \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的溶液; 漂移管温度: 45 $^{\circ}\text{C}$, 载气: 2.0 L $\cdot\text{min}^{-1}$, 进样量: 20 μL ; 按表 1 进行线性梯度洗脱。以对照

作者简介: 冯丰湊, 男, 主管药师 Tel: (0755)26031984
(024)23986296 E-mail: lqyxm@hotmail.com

E-mail: 396192559@qq.com

*通信作者: 李清, 女, 博士, 副教授 Tel:

品溶液浓度的对数值与相应峰面积的对数值计算线性回归方程。

表 1 流动相梯度

Tab 1 Mobile phase gradient elution

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%	流速/mL·min ⁻¹
0	100	0	1.0
1	100	0	1.0
9	0	100	1.0
16	0	100	1.0
16.01	0	100	2.5
38	0	100	2.5
39	100	0	2.5
42	100	0	1.0

2.3 专属性试验

精密吸取对照品溶液、供试品溶液和稀释液各 20 μL，分别注入液相色谱仪，稀释液无干扰。结果见图 1。

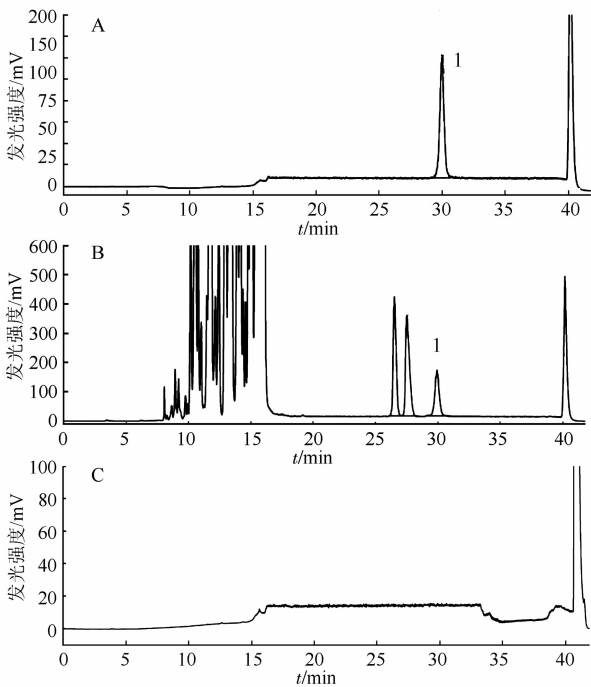


图 1 高效液相色谱图

A-对照品溶液；B-供试品溶液；C-稀释液；1-蔗糖

Fig 1 HPLC chromatograms

A-standard solution; B-sample solution; C-dilute solution; 1-sucrose

2.4 线性试验与定量限

取“2.1”项下所配制系列对照品溶液，按“2.2”项下方法操作，进样，记录色谱图，以对照品溶液浓度的对数值为横坐标(X)，相应峰面积的对数值为纵坐标(Y)，进行线性回归，得回归方程 $Y=1.209\ 7X+3.558\ 9$ ， $r=0.999\ 4$ 。表明蔗糖在 0.25~

2.5 mg·mL⁻¹ 内线性关系良好。最低检测限为 1.0 μg，最低定量限为 3.5 μg。

2.5 仪器精密度试验

取浓度为 1.0 mg·mL⁻¹ 的蔗糖对照品溶液，按“2.2”项下方法连续进样 6 次，蔗糖峰面积的 RSD 为 0.8%。

2.6 加样回收率试验

称取批号为 20120930 的样品 9 份，分别精密加入蔗糖对照品溶液，照“2.2”项下方法试验，测定平均回收率为 100.5%，RSD 为 0.8%，结果见表 2。

表 2 加样回收率试验结果(n=9)

Tab 2 Results of recovery test (n=9)

取样量/ g	原有量/ mg	加入量/ mg	测得量/ mg	回收率/ %	平均值/ %	RSD/ %
0.200 7	4.11	3.93	8.08	101.0		
0.206 6	4.24	3.93	8.15	99.5		
0.199 8	4.10	3.93	8.08	101.2		
0.256 3	5.25	5.07	10.33	100.2		
0.253 8	5.20	5.07	10.31	100.8	100.5	0.8
0.250 5	5.14	5.07	10.20	99.8		
0.301 2	6.17	6.08	12.35	101.6		
0.306 4	6.28	6.08	12.34	99.7		
0.307 9	6.31	6.08	12.46	101.1		

2.7 重复性试验

取同一批号(批号：20120930)供试品 6 份按“2.1”项下方法制备供试液，按“2.2”项下方法操作，平均含量为 2.05%，RSD 为 1.3%。

2.8 耐用性试验

取色谱柱 Luna NH₂ 柱(4.6 mm×250 mm，5 μm)，按“2.1”项下方法制备供试液，按“2.2”项下方法操作，结果与使用色谱柱 Athena NH₂ 柱(4.6 mm×250 mm，5 μm)的测定结果一致。

2.9 样品含量测定结果

按“2.1”项下方法制备对照品溶液和供试品溶液分别进样测定，记录色谱图。分别测定 4 批样品，结果见表 3。

表 3 样品含量测定结果(n=4)

Tab 3 Results of sample determination(n=4)

批号	含量/%
20121009	0.6
20121008	0.8
20121007	1.4
20120930	2.0

3 讨论

根据文献^[3]报道,蔗糖硬脂酸酯在药品生产中常被用作增溶剂、分散剂、渗透剂和乳化剂;还可用作药片的包复剂、崩解剂、润滑光泽剂,以及内服药与外用药的助剂。蔗糖作为合成蔗糖硬脂酸酯的重要原料之一,有必要控制蔗糖硬脂酸酯中游离蔗糖的含量。药用蔗糖硬脂酸酯的现行质量标准中国药典 2010 年版,采用 TLC-UV 法,经试验以上 4 批样品的游离蔗糖均符合吸光度不得超过 0.105 的要求,但是不能精确定量游离蔗糖的含量,采用本实验方法,分离效率高,选择性

好,检测灵敏度高,可准确测定游离蔗糖的含量,结果均符合药典 5%的限量要求。

REFERENCES

- [1] JIN Y Z, PANG C X. Synthesis and application of sucrose ester of fatty acid [J]. China Beet Sugar(中国甜菜糖业), 2005, 3: 28-31.
- [2] Ch.P(2010)Vol II (中国药典 2010 年版. 二部) [S]. 2010: 1251-1252.
- [3] LI Z J, XING D A. Preparation and application of SE and advice for development [J]. Chem Technol Market(化工科技市场), 2003, 26(12): 8-11.

收稿日期: 2013-04-22

GC 测定甘草中 5 种有机氯农药残留量的不确定度评价

陈建琴(南宁食品药品检验所, 南宁 530001)

摘要:目的 对 GC 测定甘草中 α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC、 δ -BHC、五氯硝基苯 5 种有机氯农药残留量进行测量不确定度评价。方法 通过统计学方法,量化不确定度分量,计算合成不确定度和扩展不确定度,并对测定中的各影响因素进行考察。结果 α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC、 δ -BHC、五氯硝基苯的检测结果显示为(0.085 0 $\pm$ 0.008 4), (0.079 7 $\pm$ 0.008 2), (0.055 8 $\pm$ 0.005 6), (0.031 5 $\pm$ 0.006 0), (0.039 4 $\pm$ 0.005 7) $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。对 α -BHC、 β -BHC 检测结果影响最大的是供试液与对照液峰面积的进样重复性,而对 γ -BHC、 δ -BHC、五氯硝基苯检测结果影响最大的是供试液峰面积的测定重复性。结论 测量不确定度评定方法的确立对于中药质量标准的研究具有重要意义。

关键词: 气相色谱法; 测量不确定度; 有机氯农药; 残留量

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2014)01-0095-05

Evaluation of Measurement Uncertainty for Determination of Five Organochlorine Pesticide Residues in Glycyrrhizae Radix Et Rhizoma by GC

CHEN Jianqin(Nanning Institute for Food and Drug Control, Nanning 530001, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To evaluate the measurement uncertainty for determination of the residues of α -BHC, β -BHC, γ -BHC, δ -BHC, and pentachloronitrobenzene in Glycyrrhizae Radix et Rhizoma. **METHODS** All the standard uncertainties were combined according to the appropriate rules to give combined standard uncertainty and an expanded standard uncertainty, and the factors influenced upon the measurement were analyzed. **RESULTS** The result of content determination was (0.085 0 $\pm$ 0.008 4), (0.079 7 $\pm$ 0.008 2), (0.055 8 $\pm$ 0.005 6), (0.031 5 $\pm$ 0.006 0), (0.039 4 $\pm$ 0.005 7) $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$. The repeatability of area in standard and sample was the primary factor for determination of α -BHC and β -BHC; and the repeatability of area in sample was the primary factor for determination of γ -BHC, δ -BHC and pentachloronitrobenzene. **CONCLUSION** The establishment of the methodology for the evaluation of measurement uncertainty is important for the studies of Chinese materia medica standards.

KEY WORDS: GC; measurement uncertainty; organochlorine pesticide; residues

测量不确定度是测量结果正确性的可疑程度^[1],为测量结果质量的定量表征,测量结果的有用性很大程度上取决于其不确定度的大小,因此,测

量结果必须附有不确定度说明才是完整并有意义的。正确表达和评定测量方法的测量不确定度将逐步成为国际通行的要求^[2-3]。本实验室通过对气