

HPLC 测定转化糖注射液中果糖、葡萄糖含量

周娜(杭州民生药业有限公司, 杭州 310011)

摘要: 目的 建立转化糖注射液中果糖、葡萄糖的含量测定方法。方法 色谱柱为 Hamilton HC-75H(305 mm×7.8 mm, 9 μm), 流动相为 0.04 mol·L⁻¹ 磷酸, 流速为 0.5 mL·min⁻¹, 检测波长为 200 nm, 柱温为 50 °C。结果 果糖和葡萄糖的检测限分别为 0.28, 0.52 μg; 线性范围分别为 1.27~3.81 mg·mL⁻¹($r=0.999\ 4$)、1.26~3.76 mg·mL⁻¹($r=0.999\ 2$); 加样回收率分别为 100.8%, 100.4%。结论 本法适用于转化糖注射液中果糖、葡萄糖的含量测定。

关键词: 转化糖注射液; 高效液相色谱法; 果糖; 葡萄糖; 含量测定

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2011)13-1357-03

Determination of Fructose and Glucose in Invert Sugar Injection by HPLC

ZHOU Na(*Hangzhou Minsheng Pharmaceutical Co., LTD, Hangzhou 310011, China*)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method for the determination of fructose and glucose in invert sugar injection.

METHODS Hamilton HC-75H(305 mm×7.8 mm, 9 μm) was used. The mobile phase was 0.04 mol·L⁻¹ phosphoric acid at a flow rate of 0.5 mL·min⁻¹. The determination wavelength was 200 nm. The temperature of the column was 50 °C. **RESULTS**

To fructose and glucose, the limit of detection was 0.28 μg and 0.52 μg, the linear range was 1.27~3.81 mg·mL⁻¹($r=0.999\ 4$) and 1.26~3.76 mg·mL⁻¹($r=0.999\ 2$), the spiked recovery was 100.8% and 100.4%, respectively. **CONCLUSION** The method is suitable for the determination of fructose and glucose in invert sugar injection.

KEY WORDS: invert sugar injection; HPLC; fructose; glucose; content determination

作者简介: 周娜, 女, 硕士, 工程师

Tel: 13666653886

E-mail: znmpharm@163.com

转化糖注射液是由果糖和葡萄糖组成的复方制剂。果糖与葡萄糖结构相似、理化性质相近,用传统的旋光法^[1]、氧化还原滴定法^[2]测定,难以排除相互干扰,专属性不强。高效液相色谱法也有报道^[2-8],但所用检测器为示差折光检测器^[2-7]和蒸发光散射检测器^[8]。该两种检测器目前较多用于食品中糖及糖醇的检查,在制药企业中应用较少,制药企业的常用高效液相检测器为紫外检测器,因此本试验探讨了采用紫外检测器测定转化糖注射液中果糖和葡萄糖含量的可行性。

1 仪器与试剂

Waters 1525 液相色谱仪, Waters 2487 紫外双波长检测器(美国 Waters 公司)。

果糖对照品(中国药品生物制品检定所,批号:100231-200303,纯度:100%);葡萄糖对照品(中国药品生物制品检定所,批号:100736-200401,纯度:100%);果糖(江苏正大丰海制药有限公司);葡萄糖(潍坊盛泰药业有限公司);注射用水(本公司自制);转化糖注射液(本公司自制,批号:11008161,11008162,11008163,规格:250 mL:果糖 6.25 g 与葡萄糖 6.25 g)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:Hamilton HC-75H(305 mm×7.8 mm, 9 μm),流动相:0.04 mol·L⁻¹磷酸,流速:0.5 mL·min⁻¹,检测波长:200 nm,柱温:50 °C,进样量:20 μL。

2.2 溶液制备

2.2.1 果糖对照液 果糖对照品 70 °C减压干燥 4 h,精密称定,加流动相制成 2.5 mg·mL⁻¹的溶液。

2.2.2 葡萄糖对照液 葡萄糖对照品 80 °C干燥 5 h,精密称定,加流动相制成 2.5 mg·mL⁻¹的溶液。

2.2.3 对照品混合液 取经干燥的果糖对照品和葡萄糖对照品适量,精密称定,加流动相制成每 1 mL 中含果糖、葡萄糖均为 2.5 mg 的溶液。

2.2.4 供试品溶液 精密移取转化糖注射液 5 mL,置 50 mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀。

2.3 专属性试验

取葡萄糖对照液、果糖对照液、对照品混合液各 20 μL,分别注入液相色谱仪,记录色谱图,结果见图 1。葡萄糖与果糖分离度为 1.8。当信噪比(S/N)为 3 时,果糖和葡萄糖的检出限分别为 0.28 μg 和 0.52 μg。

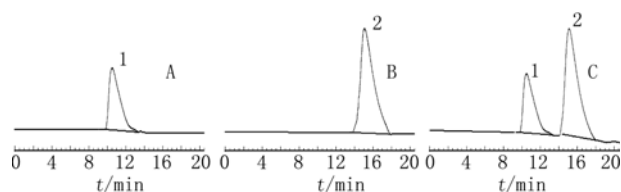


图 1 高效液相色谱图

A-葡萄糖对照液; B-果糖对照液; C-对照品混合液; 1-葡萄糖; 2-果糖

Fig 1 HPLC chromatograms

A-fructose reference solution; B-glucose reference solution; C-mixed reference solution; 1-glucose; 2-fructose

2.4 线性关系考察

分别取果糖和葡萄糖对照液 10, 15, 20, 25, 30 μL 注入液相色谱仪,记录色谱图,以进样量(X)对峰面积(Y)进行线性回归,结果见表 1。

表 1 果糖、葡萄糖的线性回归方程

Tab 1 Linear regression equation for fructose and glucose

组分	线性回归方程(n=3)	r	线性范围/mg·mL ⁻¹
果糖	Y=264 039X-15 104	0.999 4	1.27~3.81
葡萄糖	Y=106 622X+29 306	0.999 2	1.26~3.76

2.5 仪器精密度试验

取对照品混合液连续进样 6 次,每次 20 μL,记录色谱图,果糖与葡萄糖峰面积 RSD 分别为 0.30%和 0.47%。

2.6 重复性试验

称取果糖与葡萄糖适量,平行制备供试品溶液 6 份,依法测定,记录色谱图,果糖与葡萄糖峰面积 RSD 分别为 0.42%和 0.57%。

2.7 加样回收率试验

称取果糖与葡萄糖适量,加入一定量果糖与葡萄糖对照品,加水溶解并稀释,制成每 1 mL 中约含果糖 2.5 mg 和葡萄糖 2.5 mg 的溶液,依法测定,并计算回收率,结果见表 2。

表 2 果糖、葡萄糖的加样回收率(n=6)

Tab 2 Spiked recovery for fructose and glucose(n=6)

组分	已知量/ mg·mL ⁻¹	加入量/ mg·mL ⁻¹	测得量/ mg·mL ⁻¹	回收率/%	RSD/%
果糖	1.25	1.25	2.52	100.8	0.73
葡萄糖	1.26	1.25	2.52	100.4	0.92

2.8 供试品含量测定

取供试品,按照“2.1”色谱条件进样测定,测试 3 批自制转化糖注射液的果糖和葡萄糖含量,结果见表 3。

表 3 样品实测结果($n=6$)

Tab 3 Determination results of samples($n=6$)

批号	果糖(RSD)/%	葡萄糖(RSD)/%
11008161	98.2(0.64)	99.5(0.39)
11008162	99.5(0.58)	99.9(0.42)
11008163	99.8(0.67)	100.2(0.51)

3 结论

本试验探讨了高效液相紫外检测器测定转化糖中果糖、葡萄糖的方法,结果表明,该方面简便快速、重复性好、回收率高,能够准确测定转化糖注射液中果糖、葡萄糖的含量。

参考文献

- [1] 中国药典 2010 年版. 二部 [S]. 2010: 928, 1204.
- [2] 郝晓军, 张毅, 周建敏. 高效液相色谱法测定注射用转化糖

的含量[J]. 中国药业, 2009, 18(1): 29-30.

- [3] 张涛, 刘义庆, 张少文. 转化糖中糖类的高效液相色谱法测定[J]. 江汉大学学报: 自然科学版, 2004, 32(2): 23-34.
- [4] 田艳玲, 王浩, 刘艳琴, 等. HPLC 示差折光分析法测定饮料中果糖、葡萄糖、蔗糖含量[J]. 中国食品添加剂, 2006(6): 187-189.
- [5] 梁蔚阳, 冯炜菁. 高效液相色谱-示差折光检测法测定注射用转化糖中果糖与葡萄糖的含量[J]. 中国生化药物杂志, 2007, 28(2): 116-117.
- [6] 张书芬, 史萍萍, 王全林. 液相色谱示差折光法测定蜂蜜中的果糖、葡萄糖、蔗糖和麦芽糖[J]. 食品科学, 2008, 29(6): 280-283.
- [7] 柯云翠, 朱义. HPLC-RI 测定复方甘露醇注射液中甘露醇、葡萄糖的含量[J]. 中国现代应用药理学, 2009, 26(3): 245-247.
- [8] 蔡欣欣, 张秀尧. 高效液相色谱蒸发光散射检测法测定食品中果糖、葡萄糖、蔗糖、乳糖和麦芽糖[J]. 中国卫生检验杂志, 2007, 17(6): 968-969.

收稿日期: 2010-11-22