

气相色谱法测定人血白蛋白中的辛酸钠含量

GC-304

摘要：辛酸钠是为了使人血白蛋白制品变得稳定的添加物。本文使用 GC-2050 (FID 检测器) 建立了人血白蛋白中辛酸含量的标准曲线定量分析方法。结果表明，本方法辛酸的回收率高，重复性良好，操作简单便捷，分析速度快，适用于人血白蛋白中辛酸含量的测定。

关键词：气相色谱仪 GC-2050 人血白蛋白 辛酸钠

技术特点：

- ❖ 参考药典方法，样品前处理简单，内标法定量结果更可靠。
- ❖ GC-2050 体积小，宽度仅为常规型号的 65% 左右，节省实验室空间。

人血白蛋白是临床常见的一种生物制剂，主要用于失血创伤、烧伤引起的休克以及脑水肿和损伤引起的颅压升高等的治疗。在研发阶段为了验证制品的稳定性及确定制品事宜的储存和运输条件和有效期，会加入适量的辛酸钠。但是辛酸钠有很多生物学作用，如引起低血糖症，对各类动物有麻醉作用，增加氧的消耗，以及降低肌肉收缩力等作用。因此在保证制品稳定性后不应过量添加辛酸钠。

本文参考《中国药典》2020 年版通则中“3111

辛酸钠测定法”进行辛酸钠含量测定，使用岛津气相色谱仪 GC-2050 建立了人血白蛋白中辛酸钠的测定方法。

辛酸钠在有机溶剂中的溶解度较低，本方法利用添加高氯酸将辛酸钠转化成辛酸后进行测定，以提升检测灵敏度，再通过测得的辛酸浓度计算出辛酸钠的含量。实验结果表明，该方法简单便捷，线性良好，重复性高，可用于人血白蛋白中辛酸钠的测定。

实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2050 (FID 检测器)

1.2 分析条件

GC 参数：

色谱柱：SH-PolarD, 30 m×0.25 mm × 0.25 μm

柱温程序：恒温 160°C (15 min)

进样口温度：230°C

进样方式：分流进样，分流比 30:1

进样量：1 μL

载气：氮气

载气控制方式：恒线速度，40 cm/sec

检测器：FID

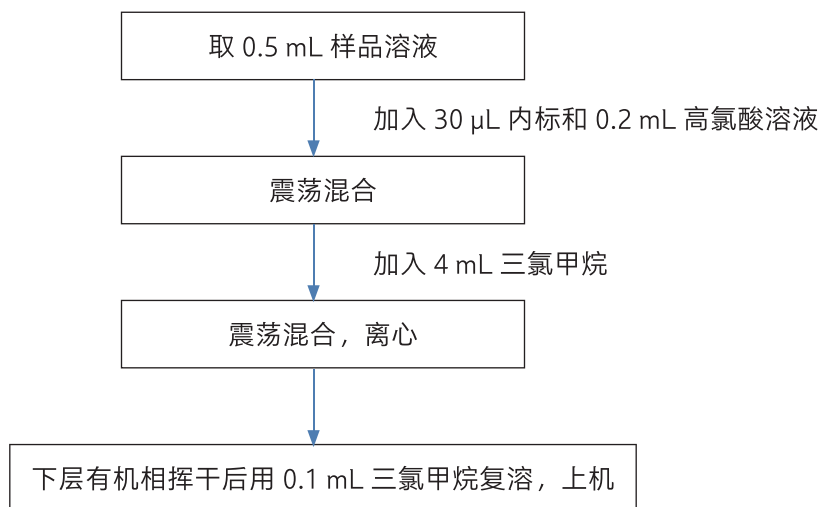
检测器温度：250°C

空气流量：200 mL/min

氢气流量：32 mL/min

尾吹气流量：24 mL/min

■ 样品前处理



■ 结果与讨论

3.1 标准品谱图

辛酸标准品色谱图和化合物信息分别见图 1 和表 1。

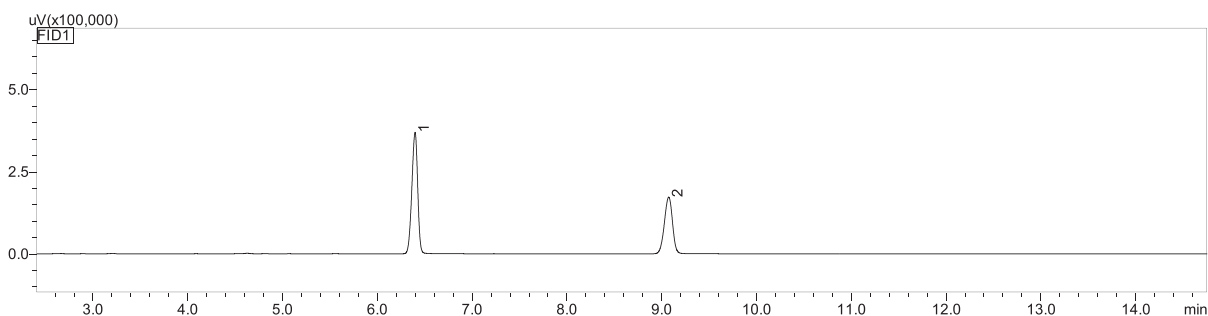


图 1 辛酸标准溶液色谱图（浓度：1542 μg/mL）

表 1 化合物信息表

No.	中文名称	英文名称	CAS#	保留时间 (min)
1	庚酸 (IS)	Heptanoic Acid	111-14-8	6.402
2	辛酸	Caprylic Acid	124-07-2	9.078

3.2 标准曲线与检出限

精确量取辛酸及庚酸标准储备液适量，加入 4 mL 三氯甲烷，溶剂挥干后用 0.1 mL 三氯甲烷复溶，配制成浓度为 1500、3000、4500、6000、7500 μg/mL 的系列标准工作液；内标浓度为 3000 μg/mL。以浓度比为横坐标，峰面积比为纵坐标进行线性拟合，制作标准曲线。根据 1500 μg/mL 标样数据，以 3 倍信噪比计算各目标组分的仪器检出限，标准曲线见图 2，线性相关系数、检出限、分离度及拖尾因子见表 2。

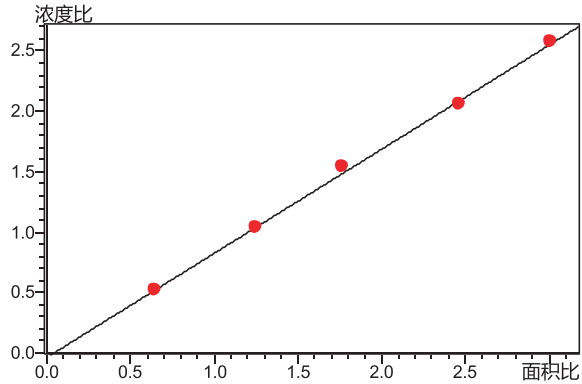


图 2 辛酸标准曲线

表 2 线性相关系数、仪器检出限、分离度及拖尾因子

No.	化合物名称	相关系数 R	检出限 (μg/mL)	分离度	拖尾因子
1	辛酸	0.9991	2.58	19.89	0.95

3.3 重复性

取 1500 μg/mL 辛酸标准溶液 1 μL 进气相色谱仪，连续进样 6 次，以目标物峰面积考察仪器重复性，结果如表 3。

表 3 峰面积重复性结果 (n=6)

化合物	峰面积						峰面积 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6	
辛酸	1,104,589	1,165,081	1,152,264	1,124,256	1,195,204	1,244,241	4.32

3.4 样品及加标测试结果

配制人血白蛋白样品至 40 g/L 浓度，按照步骤 2 进行处理后上机检测。

计算方法：辛酸钠含量 (mmol/g 蛋白) = 辛酸量 (μg) × 稀释倍数 / [取样量 (mL) × 1000 × 144.22 × 蛋白含量 (g/mL)]

仪器测试结果见表 4，样品色谱图见图 3。样品加标浓度水平为 0.053 mmol/g，平行制样三次，平均回收率测试结果见表 4。

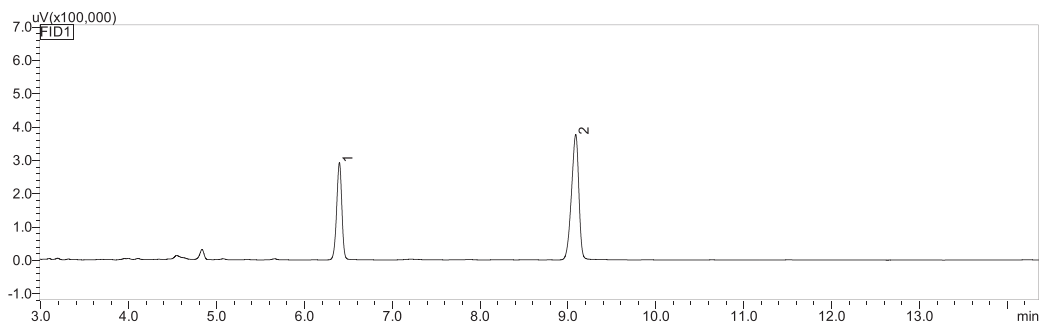


图 3 人血白蛋白液样品色谱图

表 4 加标回收率结果

化合物	样品含量 (mmol/g)	样品加标测试值 (%)			平均回收率 (%)
		1	2	3	
辛酸	0.162	121.6	115.4	115.2	117.4

■ 结论

本文使用 GC-2050 (FID 检测器) 建立了人血白蛋白中辛酸钠的分析方法。结果表明, 在 1500~7500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的浓度范围内, 辛酸线性相关系数 R 大于 0.999。取浓度为 1500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液重复进样 6 次, 辛酸峰面积的 RSD 小于 5%, 仪器重现性良好。对实际样品进行加标回收实验, 添加标准品浓度水平为 0.053 mmol/g, 辛酸平均回收率为 117.4%。该方法灵敏度高、重复性好, 简单便捷, 可用于人血白蛋白中辛酸钠含量的测定。

岛津应用云

