

补充剂中葡萄糖苷脂酰鞘氨醇的定量

01-00123-CN

松冈 佳那

使用益处

- ◆ 由于流动相中不使用氯仿，因此与正相模式相比，可以更安全地对葡萄糖苷脂酰鞘氨醇进行分析。
- ◆ 葡萄糖苷脂酰鞘氨醇可以与正相模式相同的重现性进行高速分析，并且能以极高的灵敏度进行检测。
- ◆ 由于二氧化碳比 HPLC 中使用的有机溶剂便宜，因此，其有望降低运行成本。

前言

葡萄糖苷脂酰鞘氨醇是一种神经酰胺与葡萄糖在其中结合的鞘糖脂，存在于大米、玉米、苜蓿等植物中。葡萄糖苷脂酰鞘氨醇具有保湿作用，常用于化妆品和补充剂中。

葡萄糖苷脂酰鞘氨醇几乎没有光吸收性，因此，无法使用紫外可见吸光度 (UV-VIS) 检测器分析。蒸发光散射检测器 (ELSD) 是一种高度通用的检测器，可以喷射和蒸发流动相，并测定雾化后的目标组分的散射光，也可以检测不吸收紫外线的物质。

此外，由于葡萄糖苷脂酰鞘氨醇的分子种类较多，因此在测定它的总含量时，通常使用正相模式进行分析，在该模式下使用氯仿等，从而在不分离分子种类的情况下共同洗脱。超临界色谱法 (SFC) 使用极性低的二氧化碳作为流动相进行分析，无需使用大量高度有害的有机溶剂。

本文中将会介绍一个示例，该示例不使用氯仿而使用 SFC 作为流动相，与正相模式相比，其可安全地分析源自大米的葡萄糖苷脂酰鞘氨醇，并使用 ELSD 进行检测。

标准品的分析

源自大米的葡萄糖苷脂酰鞘氨醇标准品色谱图如图 1 所示，分析条件如表 1 所示。通过 SFC 以及梯度洗脱法，即可在 2 分钟内洗脱葡萄糖苷脂酰鞘氨醇。

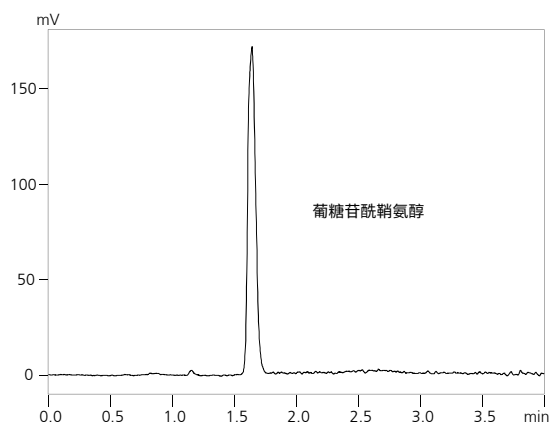


图 1 源自大米的葡萄糖苷脂酰鞘氨醇标准品色谱图 (50 mg/L)

表 1 分析条件

系统	: Nexera UC
色谱柱	: Shim-pack™ UC Sil ¹ (150 mm x 4.6 mm I.D., 5.0 μm)
流动相	: A) CO ₂ B) 甲醇
流速	: 3.0 mL/min
时间程序	: B. 浓度 20% (0.0 min) → 40% (3.0 - 4.0 min) → 20% (5.0 - 8.0 min)
柱温	: 40°C
进样量	: 5 μL
样品瓶	: LabTotal 样品瓶, LC 1.5 mL, 玻璃 ^{*2}
BPR 温度	: 70°C
BPR 压力	: 10 MPa
检测器	: ELSD-LTIII
增益	: Wide
噪音滤波器	: 1 s
漂移管温度	: 40 °C
雾化气	: N ₂
气体压力	: 350 kPa

*1 P/N: 227-30415-01、*2 P/N: 227-34001-01

标准曲线

为 25、50、100、150、300 mg/L 的 5 种源自大米的葡萄糖苷脂酰鞘氨醇标准品创建了标准曲线。ELSD 响应相对于浓度对数为指数响应，因此，将其绘制在两个对数轴上。

图 2 所示为得到的标准曲线。获得可决系数 (r^2) 为 0.999 或更高的良好标准曲线。

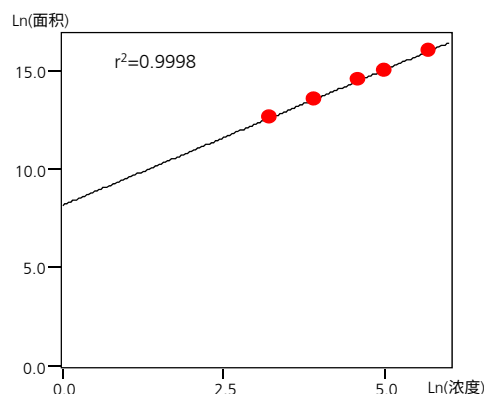


图 2 标准曲线

■ 重现性

表 2 所示为重现性结果。重复分析 (n=6) 50 mg/L 源自大米的葡萄糖苷脂酰鞘氨醇标准品, 以评估重现性。

保留时间以及面积值的相对标准偏差 (%RSD, n=6) 分别为 0.26 和 3.76, 结果证实两者均具有良好的重现性。

表 2 重现性 (50 mg/L 标准品)

化合物	保留时间 (%RSD)	面积 (%RSD)
葡萄糖苷脂酰鞘氨醇	0.26	3.76

■ 补充剂中葡萄糖苷脂酰鞘氨醇的分析

图 4 所示为使用图 3 所示的预处理方法处理市售补充剂并在表 1 所示的条件下进行分析后得出的结果。根据定量值计算出补充剂中的葡萄糖苷脂酰鞘氨醇含量为 3.1 mg。使用图 2 中的标准曲线进行了定量。葡萄糖苷脂酰鞘氨醇的分子种类较多, 即使是源自大米的葡萄糖苷脂酰鞘氨醇, 也可能因萃取、纯化方法等多种因素而存在不同分子种类的成分。因此, 为了准确地定量, 建议使用与实际样品中所含的葡萄糖苷脂酰鞘氨醇原料相同的样品作为标准品。

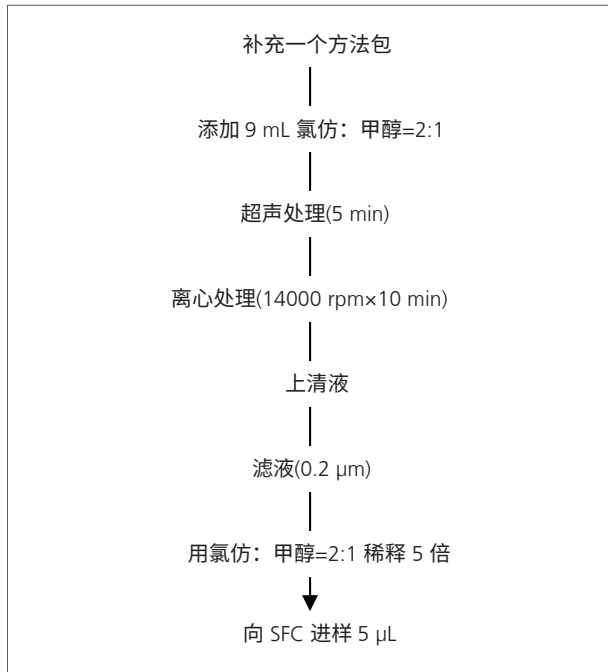


图 3 补充剂预处理流程

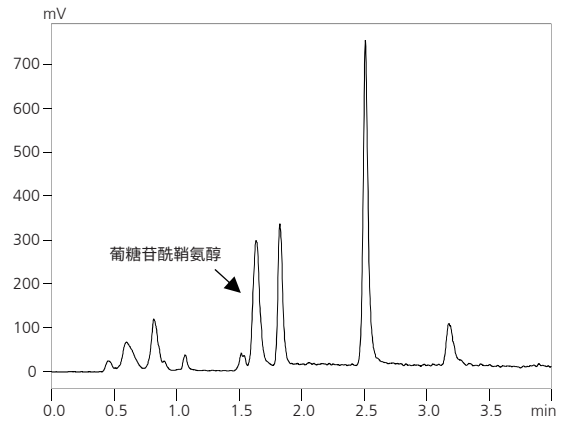


图 4 补充剂色谱图

■ 结论

通过 SFC 和 ELSD 对补充剂中源自大米的葡萄糖苷脂酰鞘氨醇进行了定量。SFC 不使用高度有害的氯仿作为流动相, 而是使用二氧化碳, 这不仅提高了安全性, 而且还可以在 2 分钟内对葡萄糖苷脂酰鞘氨醇进行洗脱。此外, 通过 ELSD 进行检测, 能够以较高的灵敏度进行分析, 其重现性良好。

此外, 除了氯仿之外, 二氧化碳比 HPLC 所使用的许多有机溶剂价格更为便宜, 而且无需花费二氧化碳产生的废液处理成本, 因此, 其有望降低分析的运行成本。

岛津应用云



Nexera 以及 Shim-pack 是株式会社岛津制作所在日本及其他国家的商标。



岛津企业管理 (中国) 有限公司
岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2021 年 3 月