

# HPLC-ELSD法测定中/长链脂肪乳注射液中大豆油和中链甘油三酸酯的含量

No.LC-047

**摘要：**建立高效液相色谱-蒸发光散射检测法（HPLC-ELSD）测定中/长链脂肪乳注射液中大豆油和中链甘油三酸酯的含量。方法采用Shim-pack HRC-SIL色谱柱，以正己烷-异丙醇-冰乙酸为流动相，蒸发激光散射检测器检测。定量测定大豆油和中链甘油三酸酯重现性良好，在5-200mg/L浓度范围内，两组分峰面积的自然对数分别与相应浓度的自然对数呈良好线性关系，相关系数分别为0.9996和0.9997，加标回收率在90%以上。本方法准确、快捷、方便，是直接测定中/长链脂肪乳注射液中大豆油和中链甘油三酸酯含量的有效方法。

**关键词：**大豆油 中链甘油三酸酯 高效液相色谱-蒸发激光散射检测法

中/长链脂肪乳注射液是肠外营养支持疗法中所应用的新一代脂肪乳剂。由于在危重病、外伤、手术等应激病患者的救治中，以其合理的供能、提供必需脂肪酸、提高蛋白利用率和提高免疫系统功能等许多优点而受到医学界的重视。该注射液由大豆油和中链甘油三酸酯、卵磷脂、甘油、注射用水经乳化、均质而成。由于大豆油和中链甘油三酸酯为无紫外吸收的物质，无法采用液相色谱法常规的紫外检测器检测，因此本文采用HPLC-ELSD法同时测定注射液中的大豆油和中链甘油三酸酯含量。

ELSD-LT II 低温型蒸发光散射检测器是岛津公司最新推出的产品，该产品采用低温蒸发技术，保证了半挥发性或热不稳定性化合物的高灵敏度检测。同时通过改良检测单元中的设计来降低峰展宽，获得极高的灵敏度。

## 实验部分

### 1、仪器与试剂

仪器：Shimadzu LC-20A系统，包括LC-20AD输液泵，DGU-20A<sub>3</sub>在线脱气机，SIL-20AC自动进样器，CTO-20AC柱温箱，ELSD-II蒸发光散射检测器，CBM-20A系统控制器，LCSolution工作站。

试剂：正己烷、异丙醇，Fisher公司；乙酸，Wako公司；大豆油、中链甘油三酸酯，中国药物生物制品研究所。

### 2、标准品溶液和样品溶液的配制

**标准品溶液的制备** 取大豆油及中链甘油三酸酯对照品各0.25g，精密称定，置50ml量瓶中，加正己烷-异丙醇（1:1）的混合溶液，使溶解并稀释至刻度。精密量取0.1、0.2、0.4、1.0、2.0和4.0mL，分别置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，制得含量分别为5.0、10、20、50、100、200mg/L的标准溶液。

**样品溶液制备**精密量取中/长链脂肪乳注射液1ml置50ml量瓶中，用上述混合溶液稀释至刻度，摇匀，精密量取3ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

### 3、分析条件

色谱柱：Shim-pack HRC-SIL，4.6 mm ID × 150 mm L，5.0 μm

流动相：正己烷：异丙醇：冰醋酸 = 99.45：0.5：0.05

流速：1.0 mL/min

柱温：30℃

检测：ELSD检测，雾化气：N<sub>2</sub> 350KPa，蒸发温度：40℃

进样体积：10 μL

## 结果与讨论

### 1、线性范围和检出限

取含大豆油和中链甘油三酸酯分别为5.0、10、20、50、100、200mg/L的标准样品，进样10 $\mu$ L，以峰面积自然对数和浓度自然对数计算线性回归方程。实验结果如图1，大豆油保留时间2.521min，中链甘油三酸酯的保留时间为3.047min，二者分离度为2.03，分离良好。大豆油线性回归方程为 $\ln C = 0.5693 \times \ln A - 2.9141$  ( $r = 0.9996$ )，中链甘油三酸酯线性回归方程： $\ln C = 0.5658 \times \ln A - 2.9129$  ( $r = 0.9997$ )，在5.0–200mg/L浓度范围内，线性关系良好。

大豆油和中链甘油三酸酯的检出限和定量限，见表1。

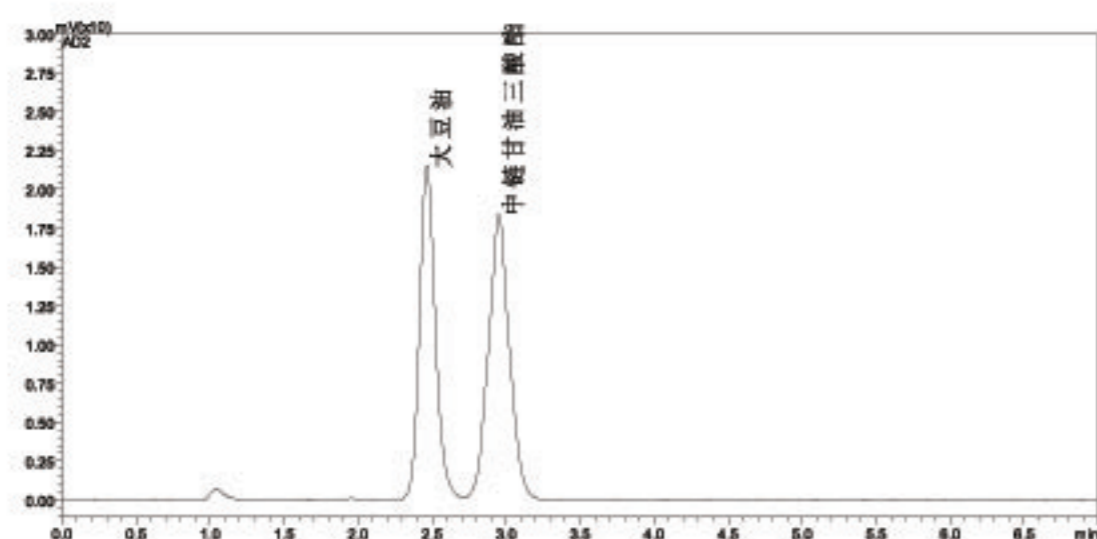


图1 大豆油和中链甘油三酸酯标准样品色谱图 (50mg/L)

表1 大豆油和中链甘油三酸酯的检出限和定量限

组分	LOD (mg/L)	LOQ (mg/L)
大豆油	0.97	3.23
中链甘油三酸酯	1.10	3.67

### 2、精密度考察试验

取含量50mg/L标准样品连续进样5次，考察保留时间和峰面积的精密度。实验结果如下，保留时间RSD% < 0.2%，峰面积RSD% < 1.6%。

表2 精密度考察结果 (n=5)

	大豆油		中链甘油三酸酯	
	保留时间(min)	峰面积	保留时间(min)	峰面积
1	2.519	171821	3.044	199401
2	2.520	165264	3.046	197850
3	2.524	169221	3.053	193517
4	2.523	168166	3.053	194570
5	2.518	170512	3.041	200564
Average	2.521	168997	3.047	197180
RSD(%)	0.103	1.47	0.178	1.54

### 3、加标回收率试验

取中/长链脂肪乳注射液样品，分别添加10mg/L和100mg/L两个浓度级别的标准样品，考察回收率。样品加标色谱图见图2，回收率结果见表3，回收率结果良好，均大于90%。

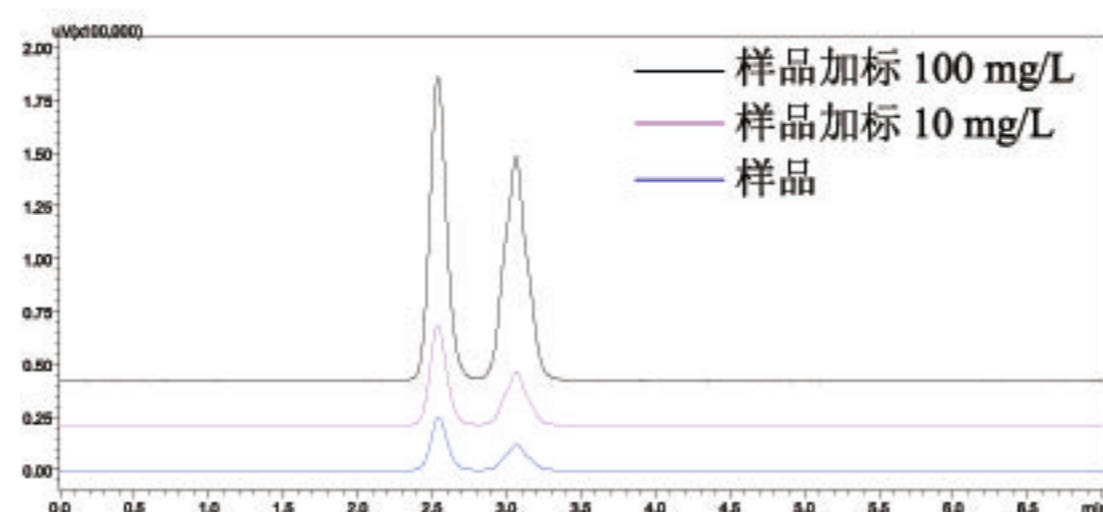


图2 样品加标色谱图

表3 样品加标回收率考察结果 (%)

	加标 10 mg/L		加标 100 mg/L	
	大豆油	中链甘油三酸酯	大豆油	中链甘油三酸酯
1	95.2	96.4	101.6	103.2
2	91.5	90.3	98.0	96.9
3	91.3	92.9	95.1	94.2
Average	92.7	93.2	98.2	98.1

#### 4、样品分析

取中/长链脂肪乳注射液样品，按上述方法进行样品制备，进样10  $\mu$ L，实验结果如图3和表4。该样品中大豆油和中链甘油三酸酯含量分别为67.4mg/L和63.7mg/L。

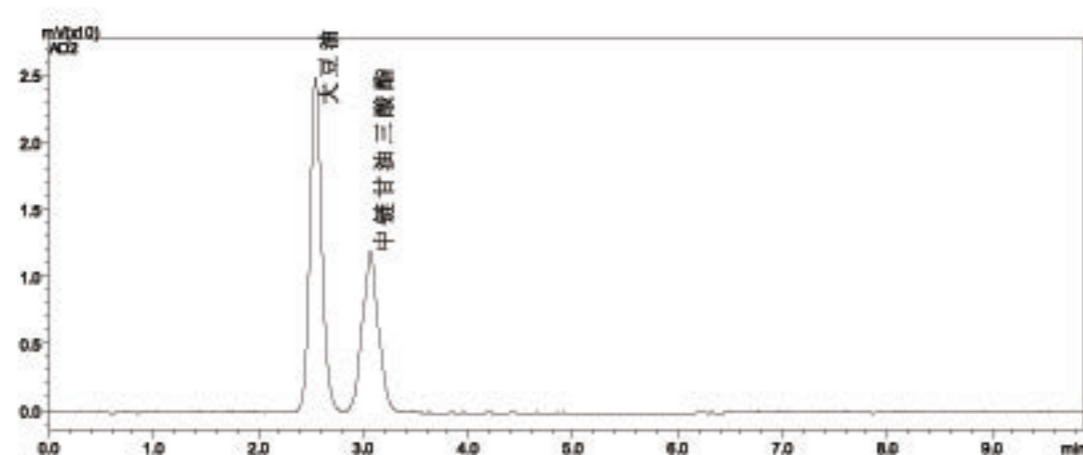


图3 中/长链脂肪乳注射液样品色谱图

表4 中长链脂肪乳注射液样品实验结果

	保留时间 (min)	浓度 (mg/L)
大豆油	2.525	67.4
中链甘油三酸酯	3.050	63.7

#### 结论

本文使用岛津液相色谱-蒸发光散射检测器，建立了同时检测中/长链脂肪乳注射液中大豆油和中链甘油三酸酯的方法，该方法准确、方便，重现性、回收率、线性范围内的相关性等均能满足要求，是直接测定中/长链脂肪乳注射液中大豆油和中链甘油三酸酯含量的有效方法。