

气相色谱法测定功能饮料中肌醇含量

GC-074

摘要：本文建立了 GC-2014C 测定功能饮料中肌醇的方法。样品旋转蒸发后，经硅烷化试剂衍生处理，用 GC-2014C 检测，方法简单、方便，方法重现性好，标准曲线线性良好，相关系数为 0.9993。

关键词：气相色谱 - 质谱 吹扫捕集 臭味物质

肌醇 (inositol) 是一种水溶性维生素，维生素 B 族中的一种，肌醇和胆碱一样是亲脂肪性的维生素，又称为环己六醇，无色、水溶性、味甜，耐酸、碱及热，广泛分布在动物和植物体内。肌醇有 9 种立体异构体，其中有医用价值的内消旋体，可促进细胞新陈代谢、助长发育、增进食欲，主要用于治疗肝硬化、肝炎、脂肪肝、血中胆固醇过高等症。人体每天对肌醇的需求量是 1~2g，许多保健饮料和儿童食品都加有微量肌醇。

现在市面上销售的维生素功能性饮料五花八门，对比《中国居民膳食营养素参考摄入量》，很多都有超标的情况。虽然肌醇暂未发现有副作用。但是为了人们的健康，把饮料中肌醇含量控制在合理的范围内，将有利于企业的发展。

本文建立了 GC-2014C 测定功能性饮料中的肌醇含量，方法简单、方便，能够有效监控功能性饮料中的肌醇含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 GC-2014C 气相色谱仪

柱流量：1 mL/min

分流比：5:1

1.2 条件分析

色谱柱：Rtx-5, 30 m×0.32 mm×0.25 μm

进样口温度：245℃

柱温：190℃ (15 min)

检测器温度：260℃

氢气压力：45 kPa

空气压力：55 kPa

1.3 样品前处理

参照《GB 541325-2010 食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中肌醇的测定》

移取 1mL 样品于旋转蒸发瓶中，并向旋转蒸发瓶中加入 5mL 无水乙醇，在 80℃ ± 2℃ 下旋转浓缩至近干时再加入 5mL 无水乙醇继续浓缩至彻底干燥。加入硅烷化试剂 10 mL，超声溶解 5 min 并转移至 25 mL 有螺纹盖的离心管中，放于 80℃ ± 2℃ 水浴中衍生反应约 75 min，然后取出冷却至室温。加入 5mL 正己烷，振荡混合后静止分层。取上层液 3 mL 于预先加少许无水硫酸钠的带螺纹盖离心管中，振荡后以不低于 4000 转/分钟离心，此为试样测定液。

结果讨论

2.1 标准谱图

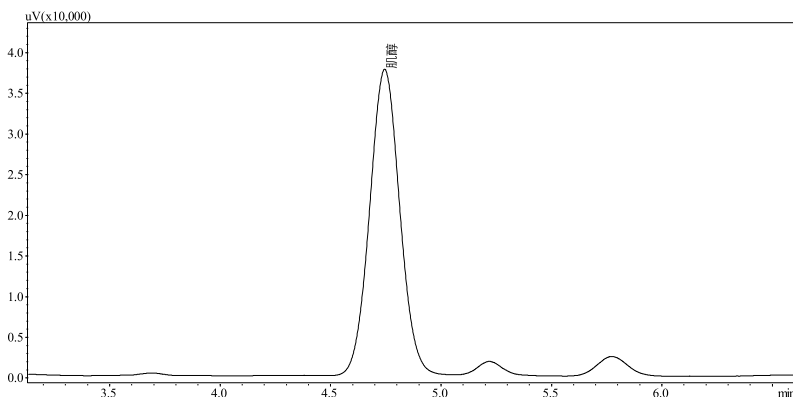


图1 肌醇标准色谱图

表1 肌醇的信息

No.	化学名称	英文名称	CAS号	保留时间 (min)
1	肌醇	inositol	87-89-8	4.739

2.2 标准曲线

分别配制一系列浓度为 5、10、20、50、100、150、200、250 mg/L 的肌醇标准溶液，取 1mL 标准溶液，按照上述步骤进行衍生处理，取 1 μ L 样品进样，以峰面积为纵坐标，浓度为横坐标绘制工作曲线(图2)。结果表明：在 5 ~ 250 mg/L 的范围内，浓度与峰面积有良好的线性关系，相关系数为 0.9993。

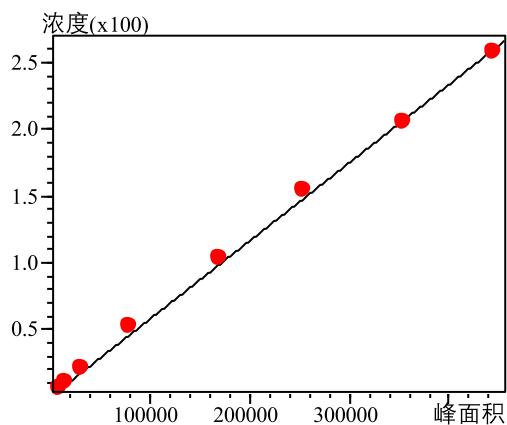


图2 肌醇标准曲线

2.3 精密度实验

5 mg/L 的标样溶液，按上述步骤进行衍生处理，连续测定 3 次，考察仪器精密度，峰面积的相对标准偏差为 1.1%，结果如表 1 所示：

表2 峰面积重复性结果(n=3)

No.	化合物名称	面积1	面积2	面积3	平均值	RSD(%)	LOD(mg/L)
1	肌醇	8534	8467	8346	8449	1.1	1.42

2.4 样品测定结果

根据 5mg/L 标样数据，以 3 倍信噪比计算肌醇的检出限，计算结果如表 2 所示。

2.5 回收率实验

分别取 3 份 1mL 功能饮料样品，加入适量肌醇标样，加标后实际样品添加浓度为 100 mg/L，按照上述步骤进行处理，取 1 μ L 进样，考察方法回收率，结果见表 3。

2.6 样品测试结果

取 1mL 样品，按照上述步骤进行衍生处理，并用 GC-2014C 进行测试，得到样品的色谱图及测试结果如下：

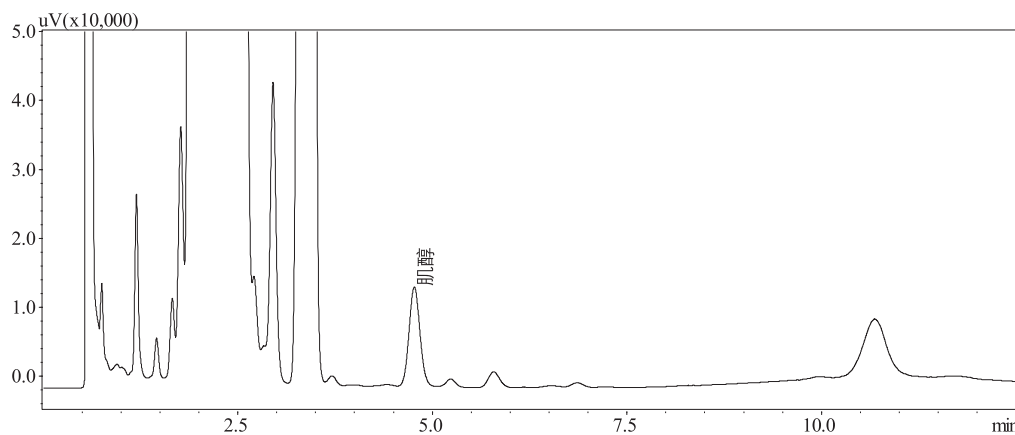


图4 样品色谱图

表3 样品测试结果及回收率

No.	组分名称	保留时间(min)	样品含量(mg/L)	加标后平均含量 (mg/L)	平均回收率 (%)
1	肌醇	4.721	398.6	511.7	113.1

结论

本方法采用岛津 GC-2014C 测定功能饮料中的肌醇含量，在 5~250 mg/L 范围内标准曲线线性良好，相关系数为 0.9993，平均回收率为 113.1%，5 mg/L 的标样溶液连续测定 3 次，峰面积的相对标准偏差为 1.1%，精密度良好。本方法操作简单，可有效地检测功能饮料中肌醇的含量。