

使用氨基柱分析食品中的糖类

No.LC-004

摘要：对几种常见的低分子量的糖类进行了分析，实验采用了比较便宜的常规分析柱氨基柱作为分离手段，并研究了该方法的稳定性。

关键词：HPLC 低分子量糖类 氨基柱

糖是自然界分布最广泛的有机化合物群之一，是生物的能量，具有非常重要的作用。糖主要分布在植物、食品中，是决定食品风味的最主要的成分之一，因此，糖类的分析具有非常重要的意义。目前，糖类分离的手段主要是采用液相色谱，检测手段主要为示差折光检测器。

糖的种类非常的庞大，从分子量来看，有从分子量仅为180的单糖到分子量为几百万的多糖，即使同样的单糖，还包含各种各样的不同糖类，如葡萄糖，氨基糖，山梨糖醇，糖醛酸等，而且它们还有多种异构体。因此，分析糖类有不同的分离方法和检测方法。多糖主要采用凝胶色谱法；分离单糖和低聚糖主要采用分配色谱法和配位体交换色谱法。检测手段绝大部分为示差折光检测器。本实验采用了比较便宜的分离柱氨基柱Asahipak NH2-50 4E为分离手段，并研究了该方法的稳定性。

■ 仪器

LC-Vp系统：包括脱气机DGU14A；泵LC-10ADvp (1台)；自动进样器SIL-HTC；柱温箱CTO-10Avp；示差折光检测器RID-10A。

■ 分析条件

分析柱：Asahipak NH2-50 4E
(内径4.6mm × 长250mm)

保护柱：Asahipak NH2-50G 4A
(内径4.6mm × 长10mm)

流动相：乙睛:水 (7:3)

流量：0.8mL/min

柱温：40℃

RID池温：40℃

检测时间：15min

进样体积：10 μL

■ 标样

葡萄糖，果糖，蔗糖，棉子糖

■ 标样配制

将葡萄糖，果糖，蔗糖，棉子糖标样溶解于水中，配制成25mg/mL、20mg/mL、15mg/mL、10mg/mL和5mg/mL的混标液。各进样10 μL，各重复2次。分别制作各组分的标准曲线。并计算各组分的相关系数和最低检出限。结果见表1。

■ 精密度试验

取15mg/mL的混标样，进样10 μL，连续测定6次，色谱图如图1。各组分保留时间和面积的相对标准偏差见表2。

实际样品分析

称取样品大枣提取液50mg，溶解于1mL水中，0.45um膜过滤后，进样10 μL，重复3次。色谱图见图2。

结果讨论

表 1 糖标准样品线性及最低检出限

	回归方程	相关系数	最低检测限 LOD (mg/ml)
果糖	$Y=1.46 \times 10^{-4}X-0.035$	0.9997	0.18
葡萄糖	$Y=1.89 \times 10^{-4}X-0.14$	0.99996	0.57
蔗糖	$Y=1.946 \times 10^{-4}X-0.26$	0.99991	0.03
棉子糖	$Y=0.31 \times 10^{-4}X+0.12$	0.99997	0.14

实验可以看出，该方法的稳定性良好，对实际样品进行检测也得到了很好的结果。

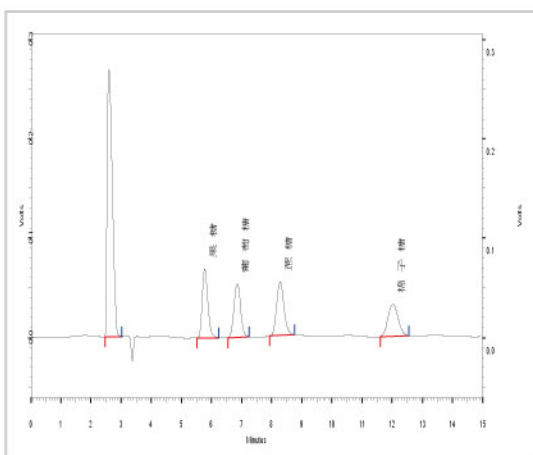


图 1 糖标准样品的色谱

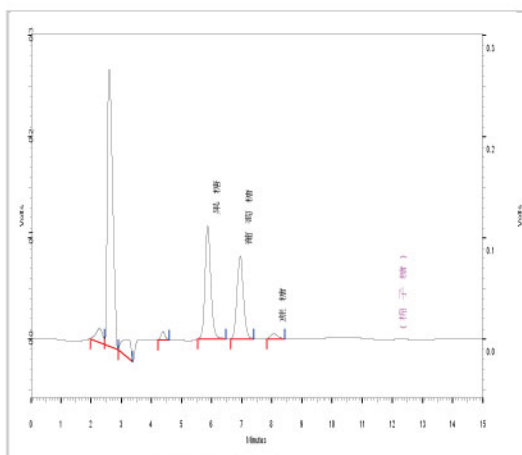


图 2 实际样品色谱图

表 2 精密度实验结果

重复性		果糖	葡萄糖	蔗糖	棉子糖
保留时间	1	5.804	6.875	8.299	12.035
	2	5.797	6.878	8.296	12.014
	3	5.785	6.859	8.280	12.026
	4	5.772	6.848	8.272	12.026
	5	5.862	6.933	8.267	11.943
	6	5.862	6.874	8.283	12.067
	平均	5.813	6.876	8.283	12.014
	RSD/%	0.668	0.429	0.152	0.314
面积	1	869505	801027	918445	747302
	2	887332	829150	935894	772964
	3	870326	812294	921689	756541
	4	880015	809956	919942	770132
	5	875419	814235	932021	759981
	6	869991	802516	923510	760213
	平均	875431	811529	925250	761189
	RSD/%	1.44	2.44	1.33	2.39