



高效液相色谱法和TLC鉴定蜂蜜中异构化糖

No.LC-026

摘要：食品安全是关系到国计民生的重要问题。目前蜂蜜样品常规检测项目仅限于食品添加剂、农残等对人体有明显危害成分，对蜜源掺杂、掺假没有强制检测。假蜂蜜几乎没有营养价值可言，而且糖尿病、龋齿、心血管病患者喝了还可能加重病情。常见的假蜜成分有：糖浆，砂糖，转化糖，异构化糖等等，常见的假蜜源作物有大米，麦子，甘蔗，甜菜，玉米，西米等等。目前国际上广泛采用碳同位素法、TLC法、HPLC法等做为假蜜掺杂鉴定的检测手段。其中薄层色谱法具有操作简单，成本低廉的优点而逐步普及；液相色谱法具有重现性好、灵敏度高，检出限低等特点，是假蜜检测的发展方向。

关键词：HPLC TLC 蜂蜜 异构化糖

仪器概况

本实验使用岛津Prominence LC-20A高效液相色谱仪系统。LC-20A是岛津制作所投入整体力量开发的新一代高效液相色谱仪，具有以下特点：优越的基本性能，轻松满足客户对仪器严格的要求；全自动化操作，实现了分析的高效率；高度对应网络要求的综合管理系统，改善分析工作环境。

本次实验所用仪器的具体配置为LC-20AD输液泵，DGU-20A3在线脱气机，SIL-20A自动进样器，CTO-20A柱温箱，RID-10A示差检测器，CBM-20A控制器和LCSolution色谱工作站。

薄层色谱分析方法

薄层色谱选用展开溶媒为水，乙酸，1-丁醇，混合比例为1:1:2。显色试剂为1g二苯胺盐酸盐，1ml苯胺，50 ml丙酮和5 ml磷酸的混合液。

在展开槽中加入20ml展开溶媒，平衡20min，待有机溶媒挥发平衡后将点好的硅

胶板放入。约4小时后待溶媒扩展至硅胶板3/4处，取出硅胶板。用吹风机吹干展开溶媒。喷显色剂后再吹干并放入干燥箱中显色。

蜂蜜样品

油菜花蜜和洋槐蜜样品由日本Sakura公司提供，异构化糖加标量分别为2.5%和5%。

高效液相色谱分析方法

色谱柱：Inertsil ODS-EP 4.6 × 250mm, 10 μm

流动相：水

流速：0.8 mL/min

检测器池温：40℃

进样量：50 μl

洗脱方式：等度洗脱

分析时间：60分钟。

样品前处理方法

样品前处理方法由日本Sakura公司提供，具体步骤如图1所示。

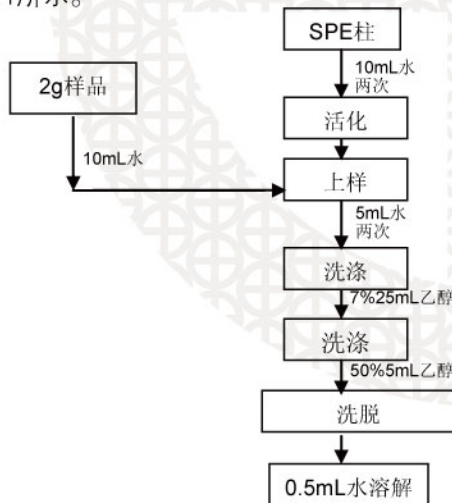


图1 前处理步骤

分析结果

1. 高效液相色谱法

图2为本方法检测洋槐样品空白色谱图及5%异构化糖掺杂的加标色谱图。

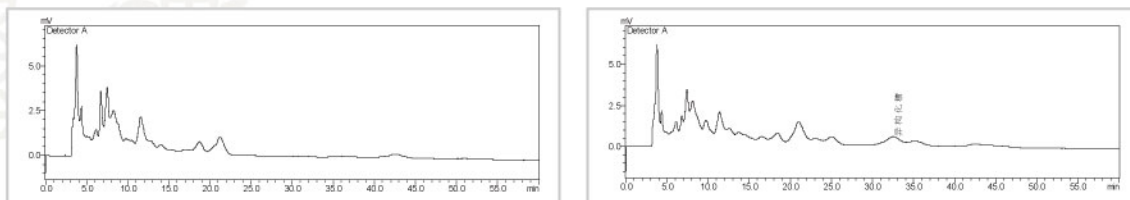


图2 洋槐样品空白色谱图 (a) 及加标图谱 (b)

如图2所示,5%加标样品在32.5 min处出现异构化糖的色谱峰,空白样品则没有出峰。

2. 薄层色谱法

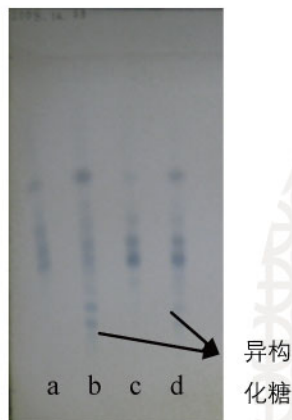


图3 薄层色谱板分析结果 (从左至右依次为a, 洋槐阴性; b洋槐阳性; c油菜花阴性; d油菜花阳性)

如图3所示,洋槐及油菜花阳性样品中出现异构化糖的样品点,而阴性样品中没有出现。

结论

高效色谱法及薄层色谱法可用于蜂蜜中异构化糖掺杂的鉴定。样品前处理方法简单易行。薄层色谱法操作简单,成本低廉,液相色谱法较薄层色谱法大大缩短了分析时间。