

高效液相色谱法测定食品中的果糖等5种糖的含量

LC-412

摘要： 本文使用岛津液相色谱仪建立了食品中5种糖的分析方法。方法采用外标法定量，5种糖在0.2 mg/L~10.0 mg/L浓度范围内，线性相关系数大于0.995，线性良好。使用1.0 mg/L的标准溶液分别连续进样6针，保留时间的RSD在0.27%~0.60%之间，峰面积RSD%在0.85%~1.85%之间，茶饮料中的5种糖加标回收率在96.5%~104.7%之间。该方法满足GB 5009.8-2023《食品安全国家标准 食品中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖的测定》方法要求，可为相关从业人员提供参考。

关键词： HPLC 蒸发光散射检测器 饮料 糖

技术特点：

- ❖ 样品前处理简单，采用ELSD检测器，稳定性好。
- ❖ 样品回收率高，精确度好。

果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖是食品中最常见的糖类。为了测定糖的单个组分含量，通常采用高效液相色谱法，由于果糖等没有紫外吸收，不能采用紫外检测器，可以使用示差折光检测器，但存在不能进行梯度洗脱，平衡时间长等问题。蒸发光散射检测器(ELSD)作为通用型检测器，不受流动相溶剂梯度等因素影响，灵敏度高，稳定性好，

可以弥补示差检测器使用中的不足。

本实验参考GB 5009.8-2023《食品安全国家标准 食品中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖的测定》的第一法，使用岛津高效液相色谱仪结合ELSD检测器建立了食品中5种糖的检测方法，可为相关从业人员提供参考。

实验部分

1.1 仪器

岛津液相色谱仪 Nexera LC-40 与 ELSD-LT II 联用，配置信息如下：

系统控制器：	SCL-40	自动进样器：	SIL-40C XR
柱温箱：	CTO-40C	输液泵：	LC-40D XR×2
脱气机：	DGU-405	检测器：	ELSD-LT II
色谱工作站：	LabSolutions Ver. 5.118		

1.2 分析条件

色谱柱：	BEH Amide(150 mm×2.1 mm I.D.)	流速：	0.3 mL/min
流动相：	A: 水; B: 0.1% 三乙胺乙腈溶液	漂移管温度：	80°C
进样体积：	1 μL		
柱温：	40°C		
洗脱方式：	等度洗脱，B相浓度为85%。		

1.3 标准品溶液的配制

分别称取经过干燥后的果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖和乳糖适量，用水溶解，配制成20 mg/L的混合标准储备液。精确吸取一定量的混合标准储备液，逐级用水稀释成质量浓度为0.200 mg/L、0.500 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L的混合标准系列工作液。

1.4 样品前处理

参照 GB 5009.8-2023《食品安全国家标准 食品中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖的测定》的第一法。

■ 结果与讨论

2.1 五种糖标准溶液色谱图

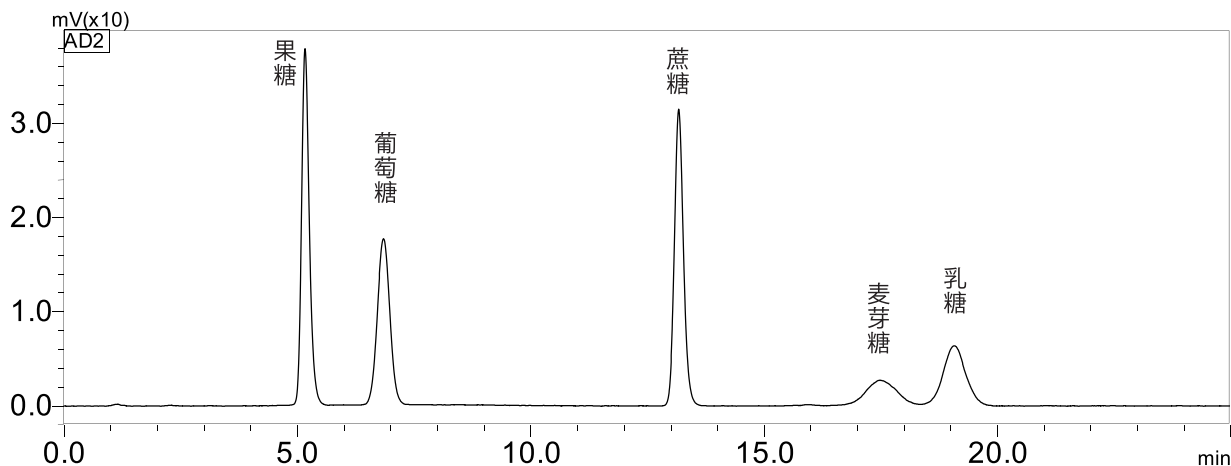


图1 5种糖标准溶液叠加色谱图 (1.00 mg/L)

2.2 校准曲线、检出限和定量限

按照 1.2 项下分析条件，标准系列溶液按照浓度从低到高的顺序依次上机测定，分别以 5 种糖的质量浓度为横坐标，其对应的峰面积为纵坐标，绘制校准曲线，如图 2 所示。5 种糖在 0.2 mg/L~10.0 mg/L 浓度范围内线性关系良好，相关系数 r 大于 0.995。根据最低浓度点标样数据，以 10 倍信噪比计算定量限，见表 1。

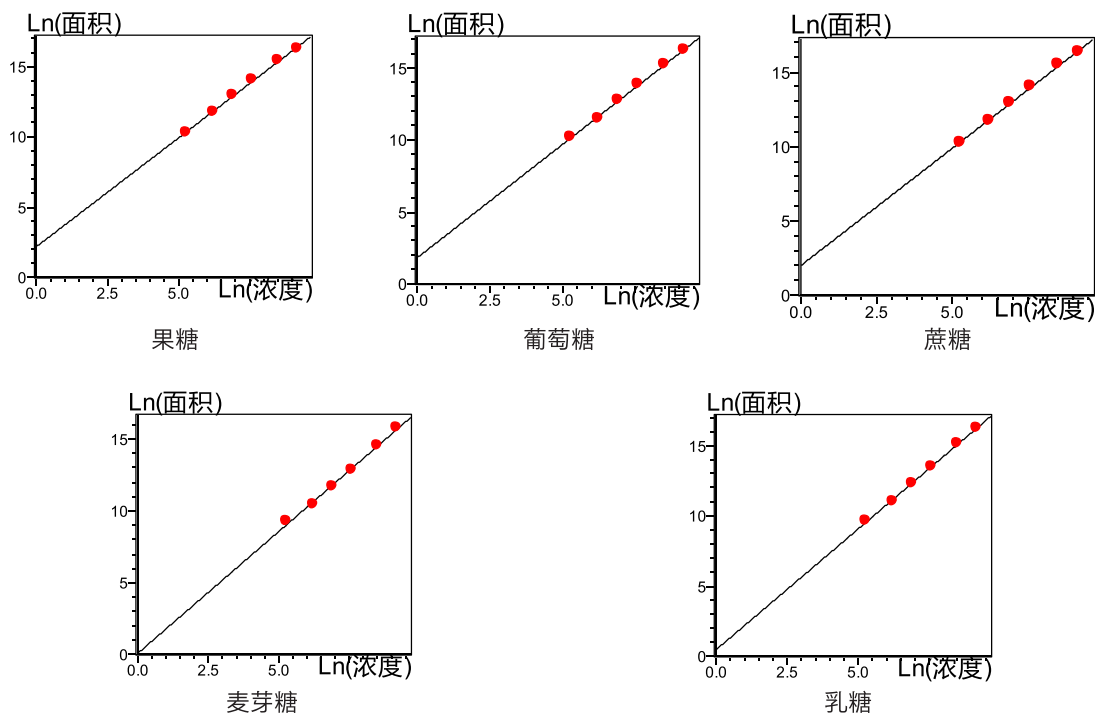


图2 校准曲线

表 1 五种糖的校准曲线及检出限

序号	化合物	校准曲线	相关系数 R	定量限 (µg/mL)
1	果糖	$Y = X^{(1.546)} * EXP(12.857)$	0.998	0.021
2	葡萄糖	$Y = X^{(1.572)} * EXP(12.678)$	0.999	0.044
3	蔗糖	$Y = X^{(1.571)} * EXP(12.856)$	0.999	0.027
4	麦芽糖	$Y = X^{(1.772)} * EXP(11.968)$	0.999	0.104
5	乳糖	$Y = X^{(1.715)} * EXP(12.318)$	0.999	0.082

2.3 精密度

取 1 mg/L 标准品溶液, 连续进样 6 次, 考察仪器的精密度, 五种糖的保留时间 RSD 在 0.27%~0.60% 范围内, 峰面积 RSD% 在 0.85%~1.85% 范围内。具体结果见表 2, 仪器精密度良好。

表 2 精密度结果 (n=6)

序号	化合物名称	保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)
1	果糖	0.51	1.64
2	葡萄糖	0.60	0.85
3	蔗糖	0.35	1.02
4	麦芽糖	0.41	1.85
5	乳糖	0.27	1.00

2.4 实际样品测定及准确度测定

按照以上建立的方法对市售的茶饮料进行测定, 该样品中蔗糖的含量为 4.0 g/100 mL(与包装标识含量一致), 其他均未检出。其色谱图如图 3 所示。

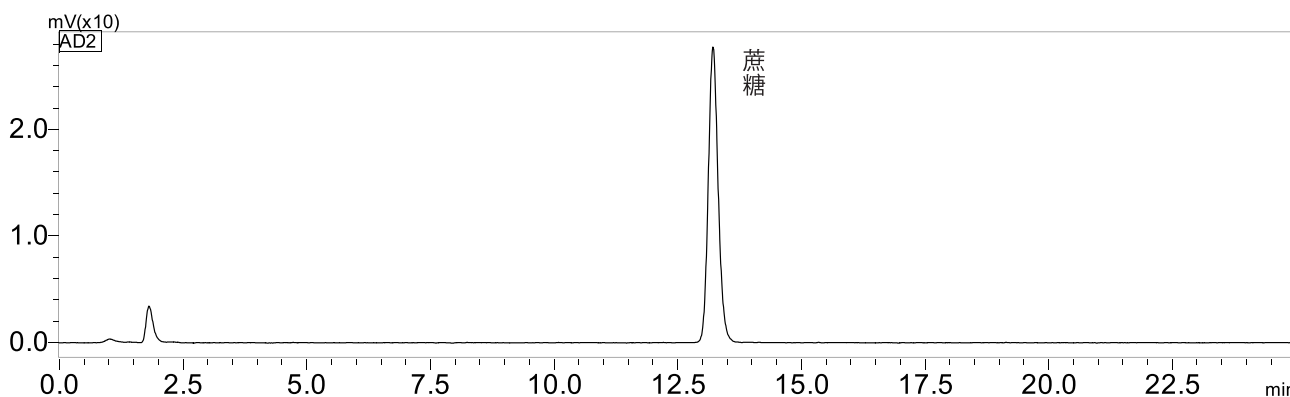


图 3 样品色谱图

采用在饮料中加标进行准确度试验。向饮料中分别添加含量为 4.0 g/100 mL 的浓度水平的混合标准溶液, 按照所建立的方法进行样品处理及测定。重复 3 份平行样品, 计算加标回收率和相对标准偏差 (RSD)。结果如表 3 所示。

表3 准确度结果 (n=3)

序号	化合物名称	浓度水平 (g/100 mL)	回收率 (%)	RSD (%)
1	果糖	4.0	104.7	1.45
2	葡萄糖	4.0	98.3	2.42
3	蔗糖	4.0	96.5	2.15
4	麦芽糖	4.0	97.5	1.60
5	乳糖	4.0	101.1	1.20

■ 结论

本文使用岛津高效液相色谱仪,参考GB 5009.8-2023《食品安全国家标准 食品中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖的测定》,建立了食品中5种糖分的分析方法,并进行了方法学考察。实验结果表明,该方法前处理简单,专属性强,满足标准要求,可为相关从业人员提供参考。

岛津应用云

