

分析与测试

HPLC - RI测试果葡糖浆中的果糖和葡萄糖

杨晓燕, 刘玉莲, 张 伟, 李小侠

(江苏天瑞仪器股份有限公司, 江苏 苏州 215300)

摘要: 建立并验证了用高效液相色谱 - 示差折光检测器测定果葡糖浆中果糖和葡萄糖含量的检测方法。以水为溶剂, Ca型阳离子交换柱进行分离; 以相对保留时间定性, 色谱峰面积定量。方法平均回收率为 98.33% ~ 102.69%, RSD为 0.86% ~ 1.25%, 检测限 ($S/N=3$) 分别为葡萄糖 $1.94 \mu\text{g/mL}$; 果糖 $2.49 \mu\text{g/mL}$ 。实验表明该方法对果葡糖浆中的葡萄糖和果糖含量的测试简单、可靠。

关键词: 示差折光检测器; 果葡糖浆; Ca型阳离子交换柱

中图分类号: O657.7+2

文献标识码: A

文章编号: 1008-021X(2011)01-0046-03

Determination of Glucose and Fructose in High Fructose Corn Syrup by HPLC - RI

YANG Xiao-Yan, LIU Yu-Lian, ZHANG Wei, LI Xiao-Xia

(Jiangsu Skyray Instrument Co., Ltd., Suzhou 215300, China)

Abstract Established and tested the glucose and fructose in fructose corn syrup using HPLC - RI Using water as solvent, cation exchange column with Ca type for separate, qualitative with relatively retention time and quantitative with peak area. The average recovery rate was 98.33% ~ 102.69%, RSD was 0.994% ~ 1.377%, and the limit of detection ($S/N=3$) respectively as glucose $1.94 \mu\text{g/mL}$; fructose $2.49 \mu\text{g/mL}$. The experiment showed that this method was simple and reliable for the control of glucose and fructose which in high fructose corn syrup.

Key words RI detector; high fructose corn syrup; cation exchange column with Ca type

果葡糖浆是由植物淀粉水解和异构化制成的淀粉糖晶, 是一种重要的甜味剂。本品为无色或浅黄色、透明的黏稠液体。甜味柔和, 具有果葡糖浆特有的香气, 无异味。无正常视力可见杂质。因为它的组成主要是果糖和葡萄糖; 故称为 "果葡糖浆"。果葡糖浆是由葡萄糖和果糖组成的一种混合生物酶转化糖浆, 同时也是一种高甜度的淀粉糖, 除作为糖源可替代蔗糖应用于食品加工外, 果葡糖浆还具有蔗糖所不具备的优良特性, 如在口感上, 越冷越甜; 在风味上具有不掩盖性, 冰点温度低; 以及在营养和代谢方面的功能性作用等。国家标准 GB/T 20882-2007果葡糖浆中, 将其分为两种类型: F42型 [果糖含量不低于 42% (占干物质) 的果葡糖浆] 和 F55型 [果糖含量不低于 55% (占干物质) 的果葡糖浆]。其质量要求见表 1。

表 1 果葡糖浆的质量标准

项目	指标	
	F42	F55
干物质 (固形物) %	71.0 ~ 63.0	77.0
果糖 (占干物质) %	42 ~ 44	55 ~ 57
葡萄糖 + 果糖 (占干物质) %	92	95

对于果葡糖浆的成分控制, 目前常采用 HPLC 法进行控制。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

LC310高效液相色谱仪 [包括 P310高压恒流泵, RI示差折光检测器, LC - Co310柱温箱, LC - 310泵控工作站 (带采样功能), 均为江苏天瑞仪器股份有限公司产品]; 电子天平 [赛多利斯科学仪器 (北京) 有限公司]; 超声波清洗器 (张家港市神科超声电子有限公司); 超纯水机 (南京易普易达科学发展有限公司)。

收稿日期: 2010-12-02

作者简介: 杨晓燕 (1982-), 女, 重庆垫江人, 方法开发工程师, 主要从事液相色谱在行业中的应用。

超纯水: 超纯水机临用新制; 葡萄糖标准品、果糖标准品均购于中国标准物质中心。

1.2 分析条件

色谱柱: Ultimate Ca 型阳离子交换柱, 7.9mm × 300mm, 10 μ m, 月旭材料科技(上海)有限公司;

流动相: 超纯水;

流速: 0.6mL/min

柱温: 80 $^{\circ}$ C;

示差折光检测器温度: 40 $^{\circ}$ C;

进样量: 10 μ L。

1.3 标准溶液的配制

准确吸取 10 μ L 标准混合溶液 (果糖和葡萄糖分别为 3.9mg/mL 和 6.0mg/mL), 进样, 谱图如图 1 所示。

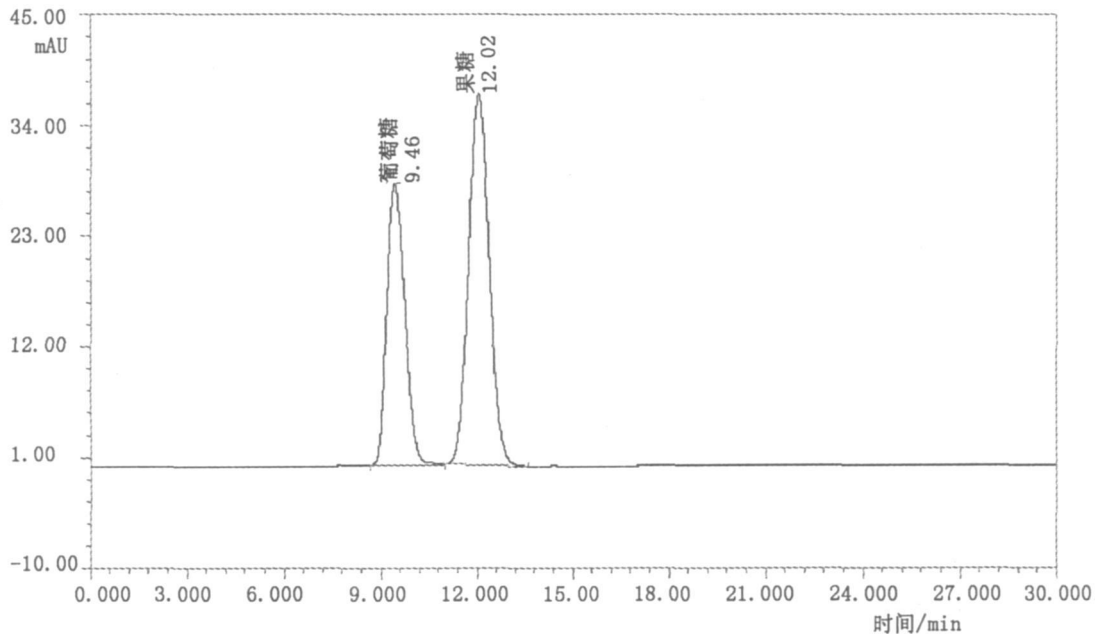


图 1 果糖和葡萄糖标准混合溶液谱图

1.4 样品处理

用玻璃胶头滴管准确吸取 1.3g 果葡糖浆 (精确到 0.0001g) 于烧杯中, 用超纯水溶解, 并转移至 100mL 容量瓶中, 用超纯水定容至刻度, 摇匀, 过 0.45 μ m 的水系滤膜, 将样品续滤液存入专用的样品瓶中, 供液相色谱测定。

2 结果与讨论

2.1 色谱条件优化选择

国标中关于糖分的测定可以用阳离子交换柱和氨基键合柱两种。虽然氨基键合柱相比阳离子交换柱, 价格便宜, 但考虑到氨基键合柱所用流动相为乙腈, 属于有机溶剂, 价格昂贵, 且对操作人员及实验环境有不良影响; 而阳离子交换柱所用流动相为超纯水, 成本低, 对人员及环境无不良影响, 因此选用阳离子交换柱作为本次分析的色谱柱; 国标中规定分析时的流速为 0.5mL/min, 在分析时, 0.5mL/min 的流速, 峰形有点偏胖, 而 0.7mL/min 的流速, 峰与峰之间的分离度尚能达到完全分离, 0.6mL/min 的流速既能使峰形对称, 同时也能满足分离度的要求, 故选择流速为 0.6mL/min, 分别考察了柱温为 75

80 85 $^{\circ}$ C 不同条件下的分离情况, 80 85 $^{\circ}$ C 分离效果相当, 且均优于 75 $^{\circ}$ C 时的分离效果, 考虑到 85 $^{\circ}$ C 接近于柱子的极限使用温度 (90 $^{\circ}$ C), 长期使用不利于延长柱子的寿命, 故选择 80 $^{\circ}$ C 为分析温度; 示差折光检测器的温度设定范围为 30~50 $^{\circ}$ C, 选择适中的 40 $^{\circ}$ C 为分析温度效果为佳。

2.2 峰位确定

将葡萄糖和果糖用超纯水稀释成合适浓度, 按本方法确定的色谱条件, 取各单标和混标 10 μ L 进样测定, 按各保留时间进行定性, 出峰先后顺序为: 葡萄糖、果糖。

2.3 阴性和系统适用性实验

直接吸取过 0.45 μ m 水系滤膜的超纯水溶液 10 μ L, 进样, 在各组分相应保留时间处均没有吸收。取混标 10 μ L 进样测定, 果糖分离度大于 1.5 (2.04), 符合相关规定。理论塔板数按果糖的峰计, 不得小于 2000。

2.4 精密度实验

取稀释的混标 10 μ L, 连续进样 6 针, 进行测定, 考察各组分峰面积的相对标准偏差, 分析结果如表 2 所示。

表 2 精密度实验结果

名称	峰面积	峰面积平均值	RSD /%
葡萄糖	120063.2	120693.2	0.79
	121504.7		
	119638.5		
	121114.3		
	121942.3		
	119896.4		
果糖	185460.0	183616.5	0.87
	183935.5		
	1825962.3		
	181942.8		
	182072.4		
	184825.9		

2.5 线性关系和检测限

在本方法确定的实验条件下,葡萄糖和果糖在进样量 5~100 μ g 之间,线性关系良好。各化合物的相关系数见表 3。在 S/N = 3 的条件下,确定各组分的检测限也列入表 3 中。

表 3 线性关系和检测限结果

组分	线性范围 μ g	线性方程	相关系数	检测限 l (μ g/mL)
葡萄糖	5~100	$y = 3884.2x + 21.004$	0.9998	1.94
果糖	5~100	$y = 3923.3x - 2095.5$	0.9997	2.49

2.6 回收率实验

采用在实际样品中加入不同添加水平的混标的方式进行回收率实验,按 1.4 中的方法处理后分析,采用外标法定量,每个添加水平单独测 3 次,实验结果表明,其平均回收率为 98.33% ~ 102.69%, RSD 为 0.865% ~ 1.253%。

2.7 实际样品的测试

采用 HPLC 法测试客户提供的果葡糖浆产品,结果如表 4 所示。

表 4 样品测试结果

组分	F334	F42型	F55型
葡萄糖 ω /%	38.8	54.1	40.2
果糖 ω /%	59.9	43.6	56.8

3 结论

综上所述,通过对各种型号的果葡糖浆中葡萄糖和果糖进行测试,本方法具有方便快捷、灵敏度高、回收率高、精密度好的特点,且流动相和样品前处理均用超纯水,避免了有机溶剂的使用,无环境污染。

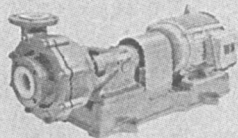
(本文文献格式:杨晓燕,刘玉莲,张伟,等. HPLC-RI 测试果葡糖浆中的果糖和葡萄糖 [J]. 山东化工, 2011, 40(1): 46-48)



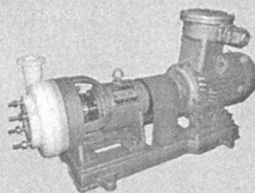
靖江市金时利耐磨泵厂

主营产品

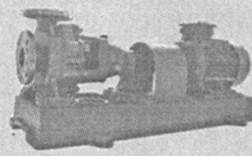
我厂是生产耐腐耐磨砂浆泵、污水污泥循环泵、脱硫除尘浆液泵的专业性厂家。已通过 ISO9001 质量体系认证。产品规格齐全、质量精优、价格低廉! 在国内各省会城市及大型化工园区均设有销售服务站。竭诚欢迎化工制药、矿山、电站等用泵单位与我们联系。我们将为您提供及时优质的服务!



UHB-ZK耐腐耐磨砂浆泵



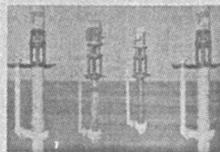
FSB-C氟塑料合金离心泵



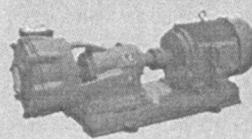
IH不锈钢化工离心泵



WFB系列无密封自控自吸泵



FYU耐腐耐磨液下泵



HTB-ZK耐酸陶瓷泵

地址: 江苏省靖江市新桥镇工业园区东首(新桥加油站旁)
电话: 0523-84325727、84328727、84329727、13376008727
邮箱: naimobeng@naimobeng.com 网址: www.naimobeng.com

联系人: 秦志成
传真: 0523-84312380
www.jslby.com