

文章编号:1671-1513(2011)01-0030-03

离子色谱法分析检测饮料中聚葡萄糖含量的研究

刘玉峰, 唐华澄, 李东, 张绩觅

(北京市营养源研究所 分析室, 北京 100069)

摘要:研究了 AOAC 2000.11 应用于饮料中聚葡萄糖含量测定时的简化步骤,考察了精密度和准确度.结果表明,6次平行试验,相对标准偏差是 1.4%~6.4%,回收率为 95.2%~107.3%.该方法简单快捷,适合于饮料中聚葡萄糖含量的测定.

关键词:高效离子色谱法;脉冲安培检测;聚葡萄糖

中图分类号: TS207.3

文献标志码: A

聚葡萄糖属于水溶性膳食纤维,是一种低热量、无糖、低血糖指数的特殊碳水化合物,具有益生元的特点.它是由天然存在的葡萄糖和少量山梨醇、柠檬酸经高温熔融缩聚而成,是随机交联的葡萄糖组成的多糖.经过 20 多年的发展,聚葡萄糖已经成为一种成熟的产品,在 50 多个国家被批准使用,广泛应用于烘焙食品、饮料、乳品、调味品、冷冻食品、糖果等食品中^[1-2].随着聚葡萄糖在食品中的广泛应用,其检测方法也有了长足的进步,Noffsinger^[3]采用高压液相色谱法对食品中聚葡萄糖的含量测定进行了研究,而 Craig^[4-5]采用离子色谱法也做了更加深入的研究.目前一般采用 AOAC 2000.11^[6],李建文^[7]的博士学位论文也对该方法进行了研究,我们通过实验研究了该方法在饮料中的应用,简化了操作步骤.

1 试验材料与方法

1.1 仪器与试剂

1.1.1 仪器

ICS-3000 型离子色谱仪,脉冲安培检测器, Au 电极.

1.1.2 标准物质与试剂

聚葡萄糖标准物质:获赠于 Danisco 公司,纯度

为 97.80%,储存在干燥器中.

试剂:氢氧化钠(Fluka),无水乙酸钠(Fluka).

1.2 分析方法

1.2.1 样品前处理

准确称量 0.1~5.0 g(精确至 0.1 mg)样品,至预先已称重的容量瓶中,加入 80℃蒸馏水至刻度线,摇匀,使样品分散.将容量瓶置于 80℃水浴中,在 5 min 和 10 min 时各振摇 30 s,使聚葡萄糖溶解,10 min 后从水浴中取出,待容量瓶冷却至室温,称重.转移 10 g 溶液至 15 mL 离心管,混合物 10 000 r·min⁻¹离心 15 min,上清液过 0.45 μm 水相滤膜和 RP 柱,上机测定.

1.2.2 色谱工作条件

1) 梯度洗脱程序

色谱柱:CarbopacTM PA1, 4×250 mm(带 CarbopacTM PA1 4 mm×50 mm 保护柱).

柱温:30℃.

淋洗液:0~10 min, 150 mmol NaOH, 150 mmol 醋酸钠;10.1~15.0 min, 150 mmol NaOH, 150~500 mmol 醋酸钠;15.1~25.0 min, 150 mmol NaOH, 150 mmol 醋酸钠;

流速:1.2 mL/min.

进样量:10 μL.

2) 检测器波形:0.00 s, 0.10 V;0.20 s, 0.10 V,

收稿日期:2010-11-12

基金项目:北京市科技计划项目(促进科研院所发展,建设新型科研体系重大专项);2008年北京市科学技术研究院创新团队项目.

作者简介:刘玉峰,女,助理研究员,硕士,主要从事食品营养成分分析检测方面的研究;

李东,男,教授级高工,博士,主要从事食品营养分析和营养干预方面的研究.通讯作者.

开始积分;0.40 s,0.10 V,积分结束;0.41 s, -2.00 V;0.42 s, -2.00 V;0.43 s,0.60 V;0.44 s, -0.10 V;0.50 s, -0.10 V.

1.3 标准溶液的配制

1.3.1 聚葡萄糖标准储备液,2 000 μg/g. 称取 100 mg 干燥的聚葡萄糖(精确至 0.1 mg)至已称重的容量瓶中,加 50 g 预热至 80 ℃的水,摇匀,冷却至室温,称重.

1.3.2 标准工作液,分别准确称取 1.250 0,1.325 0,1.750 0,1.325 0,2.000 0,2.500 0 g 标准储备液分别于 100,50,50,25,25,25 mL 容量瓶中,加水至刻度线,摇匀,称重.

2 结果与分析

2.1 标准曲线的制作

1.3.2 中制备的一系列浓度的标准依次进样,以峰面积为纵坐标,浓度为横坐标,制作标准曲线,得到回归方程是 $y = 53.166x + 0.7072$,相关系数为 0.999 1,图 1 是聚葡萄糖的标准色谱图.

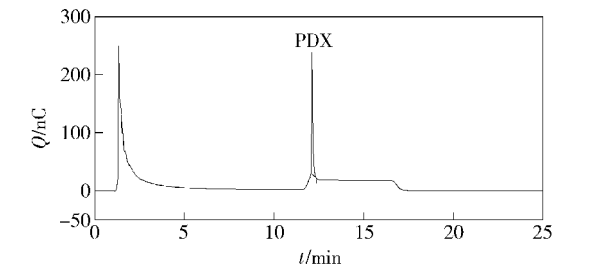


图 1 聚葡萄糖标准色谱图

Fig. 1 Chromatogram of polydextrose standard

2.2 样品测定

采用 AOAC 2000.11 和本文的简化方法对 3 个样品做了比较,结果见表 1.

表 1 两种方法测定结果比较

Tab. 1 Comparison of two analytical results

	AOAC 2000.11 测定结果/%	本文方法 测定结果/%	偏差/%
样品 1	0.79	0.82	3.1
样品 2	1.39	1.45	4.2
样品 3	1.72	1.79	4.0

从表 1 可以看出,采用 AOAC 2000.11 和本文简化方法对 3 个样品进行前处理,检测结果基本接近,偏差小于 5%.

2.3 本文方法与 AOAC 2000.11 的区别

在 AOAC 2000.11 中,采用了异淀粉酶、淀粉葡萄糖苷酶和果聚糖酶对样品进行酶解,目的是去除聚糖干扰物,主要是甘露聚糖和果聚糖的影响.事实上,在一般的饮料中,不会存在甘露聚糖和果聚糖,除非厂家添加这两种物质.因此,在测定饮料中的聚葡萄糖时,可以省去酶解的步骤,不但可以节省检测时间,而且还可以降低检测成本.依据 AOAC 2000.11,标准工作液也需要和样品进行相同的酶解,但是如果采用本文的简化方法,标准工作液则不需要酶解.本文对标准工作液进行的研究表明,经过酶解的标准工作液响应值低于未酶解的工作液响应值,计算过程中如果采用了经过酶解的标准工作液进行校正,结果会偏低 24%.

3 精密度和准确度

3.1 精密度

称取样品 1 和样品 2 各 6 份,按照本方法处理样品,每份重复测定 3 次,结果见表 2.

表 2 精密度结果

Tab. 2 Precision results

样品	平均值/%	RSD/%
样品 1	0.82	1.4
样品 2	1.45	6.4

从表 2 可以看出,两个样品各 6 次平行结果相对标准偏差分别为 1.4% 和 6.4%,说明该方法精密度很好.

3.2 准确度

称取样品 1 和样品 2 各 6 份,分成 3 组,用于 3 个水平的加标回收试验,每份样品重复测定 3 次,样品 1 的本底值为 0.82%,样品 2 的本底值为 1.45%,结果见表 3.

表 3 准确度结果

Tab. 3 Accuracy results

加标 水平	样品 1		加标 水平	样品 2	
	实测值/%	回收率/%		实测值/%	回收率/%
0.26	1.07	96.2	0.88	2.30	96.6
	1.09	103.8		2.36	103.4
0.84	1.62	95.2	1.62	3.09	101.2
	1.71	106.0		3.03	97.5
1.41	2.21	98.6	1.91	3.50	107.3
	2.22	99.3		3.41	102.6

结果表明,样品加标回收率在 95.2% ~ 107.3%,准确性很好.

4 讨 论

本文参考 AOAC 2000. 11,简化了分析步骤,采用 ICS-3000 离子色谱仪,脉冲安培检测器,应用四电位波形,CarboPac PA1 4 × 250 mm 分析柱,对 3 种饮料中聚葡萄糖的含量进行了定量分析,同时考察了方法的精密度和准确度. 实验结果表明,对于这种简单基质的样品,不用经过酶解步骤,处理过程比较简单,重复测定相对标准偏差小于 6.4%,回收率为 95.2% ~ 107.3%. 对于高脂肪,高蛋白样品的前处理过程,还需要进一步研究,同时对于方法的检出限也需要进行合理的考察.

参考文献:

[1] 杨海军,辛修峰,黄婧. 水溶性膳食纤维聚葡萄糖的市

场现状及发展应用[J]. 发酵科技通讯,2008,37(3):50-52.

[2] 朱彤,许杰. 聚葡萄糖作为水溶性膳食纤维的发展及法规现状[J]. 中国食品添加剂,2009(z1):48-51.

[3] Noffsinger J B, Emery M, Hoch D J, et al. Liquid chromatographic determination of polydextrose in food matrixes [J]. ASSOC. OFF. ANAL. CHEM. 1990, 73(1):51-53.

[4] Craig S A S, Holden J F, Troup J P, et al. Polydextrose as soluble fiber: physiological and analytical aspects [J]. Cereal Foods World, 1998, 43(5):370-376.

[5] Craig S A S, Holden J F, Khaled M Y. Determination of polydextrose as dietary fiber in foods [J]. Journal of AOAC International, 2000, 83(4):1006-1012.

[6] AOAC Official Method 2000. 11 Polydextrose in Foods Ion Chromatography First Action 2000[S]. USA: Association of Official Analytical Chemists.

[7] 李建文. 不同种类膳食纤维分析方法的建立和应用研究[D]. 北京:中国疾病预防控制中心,2006.

Determination of Polydextrose in Beverages by Ion Exchange Chromatography

LIU Yu-feng, TANG Hua-cheng, LI Dong, ZHANG Ji-mi

(Laboratory Department of Beijing Research Institute for Nutritional Resources, Beijing 100069, China)

Abstract: The procedure of AOAC 2000. 11 was simplified to determine polydextrose in beverages in this paper. Relative standard deviation of this method is 1.4% ~ 6.4% and the recovery is 95.2% ~ 107.3%. The results indicated that the method could be used to determine polydextrose in beverages.

Key words: high performance ion exchange chromatography; pulsed amperometric detection; polydextrose

(责任编辑:檀彩莲)