

高效液相色谱法测定高麦芽糖浆

韩玉洁, 张洪微, 徐 忠

(哈尔滨商业大学食品工程学院, 黑龙江 哈尔滨 150076)

摘 要: 采用高效液相色谱法, 以 NH_2 柱为分析柱, 乙腈水溶液(乙腈: 水=70:30)为流动相, 利用折光检测器, 外标法进行定量分析。对本实验室以马铃薯淀粉为原料, 利用酶解制备的高麦芽糖浆进行了分析, 为麦芽糖的定量分析提供了新的方法。

关键词: 高效液相色谱法; 高麦芽糖浆; 折光检测器

Analysis of High-maltose Syrups by High Performance Liquid Chromatography

HAN Yu-jie, ZHANG Hong-wei, XU Zhong

(Food Engineering Institute, Harbin Commercial University, Harbin 150076)

Abstract: An analysis was performed by high performance liquid chromatography using NH_2 -L-column, and acetonitrile solvent (acetonitrile: water=70:30). Refractive Detector, the quantity of the constituents was determined by external standard method. High-maltose syrups was formed from potato starch with enzyme, and a new analytical method of high-maltose syrups was put forward.

Key words: HPLC; high-maltose syrups; refractive detector

中图分类号: TS2

文献标识码: B

文章编号: 1002-6630(2004)03-0150-03

高麦芽糖浆是重要的淀粉糖品, 其麦芽糖含量在60%以上, 葡萄糖含量低, 具有结晶性好, 吸湿性低, 热稳定性高等特性, 并且高麦芽糖浆在人体内吸收时不通过胰岛素的作用, 因此可用作糖尿病人食品中的甜味剂。目前, 高麦芽糖浆已被广泛地应用于食品、医药等各个行业中^[1,2]。

高效液相色谱法具有准确、快速、简便的优点, 因此, 其在食品、医药等研究领域占有重要地位。测定淀粉水解过程中不同阶段的各种糖分的含量, 对于了解淀粉水解程度, 从而优化工艺及操作参数具有重要的理论及指导意义。利用液相色谱测定低聚糖的方法已有报道^[3,4], 但利用液相色谱法测定高麦芽糖浆的详细研究未见报道。本研究采用高效液相色谱法, 以乙腈水溶液为流动相, 外标法进行定量分析, 建立了高麦芽糖浆的测定方法, 本方法简便, 各种糖分离效果好, 适用于生产过程中的产品检测。

1 实验部分

1.1 仪器

Waters510 泵, 2410 型折光检测器 美国 Waters 公司; 80-2 型离心机 上海手术机械厂; 超声波清洗机 UT-52 日本 超声波工业会。

1.2 试剂

葡萄糖 分析纯, 沈阳试剂三厂; 麦芽糖 分析纯, 中国医药公司; 麦芽三糖、麦芽四糖、麦芽五糖、麦芽六糖 SIGMA 公司; 高麦芽糖浆 为本实验室产品; 乙腈 色谱纯, 天津协和昊鹏色谱科技有限公司; 二次蒸馏水 本实验室自制。

1.3 色谱条件

色谱柱 Hypersil NH_2 4.68 × 300mm; 流动相: 乙腈: 水=70:30; 流速: 1.2ml/min; 柱温 室温; 进样量 10 μL 。

1.4 标准溶液的配制

准确称取 6 种糖的标准品, 用二次蒸馏水定容, 得到混合标准溶液。各组分浓度见表 1。

表 1 标准样品浓度

组分	浓度(g/L)
葡萄糖	2.064
麦芽糖	5.988
麦芽三糖	3.292
麦芽四糖	1.056
麦芽五糖	1.112
麦芽六糖	1.174

收稿日期: 2003-07-28

基金项目: 黑龙江省青年基金项目(QC01C22)

作者简介: 韩玉洁(1952-), 女, 教授, 研究方向为食品科学。

标准溶液用0.45 μ m孔径的超滤膜过滤。

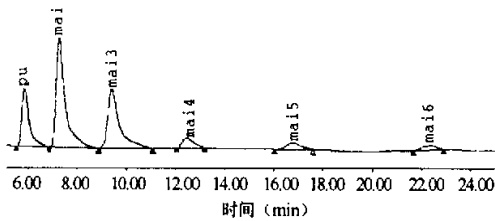
1.5 样品预处理

取一定量的糖化液，离心过滤后取上清液，经0.45 μ m孔径的超滤膜，将滤液进行适当的稀释，即得到待测液。

2 结果与讨论

2.1 线性回归分析

在所选的色谱条件下，标样的色谱图见图1，在25min内，各种糖分得到很好的分离。



图中各峰由左至右依次为：葡萄糖、麦芽糖、麦芽三糖、麦芽四糖、麦芽五糖、麦芽六糖

图1 麦芽糖标样的色谱图

分别吸取5、10、15、20、25 μ l标样，进样测定，得到一系列谱图。以峰面积对数为纵坐标，浓度对数为横坐标，绘制6种糖的工作曲线，得到各组分的回归方程，见表2。

表2 各组分回归方程及相关系数

组分	回归方程	相关系数
葡萄糖	$Y=0.87X+11.72$	0.9989
麦芽糖	$Y=1.02X+11.38$	0.9998
麦芽三糖	$Y=1.06X+11.53$	0.9998
麦芽四糖	$Y=1.31X+11.06$	0.9990
麦芽五糖	$Y=1.47X+10.74$	0.9971
麦芽六糖	$Y=1.95X+9.95$	0.9901

结果表明，各种糖组分的浓度与峰面积分别取对数后的线性关系较好。

2.2 重复性试验

将混合标样在相同条件下取10 μ l进样5次，其峰面积数据的变异系数(Gv%)小于2，测定结果见表3。

表3 重复性试验结果(n=5)

组 分	Gv(%)
葡萄糖	1.39
麦芽糖	0.77
麦芽三糖	1.06
麦芽四糖	0.66
麦芽五糖	0.62
麦芽六糖	1.99

从表3中可见，本方法重现性好。

2.3 回收率试验

样品与标样混合进行HPLC分析，结果见表4。

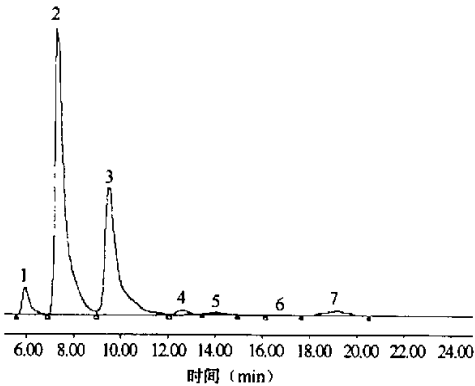
表4 回收率测定结果

样品组分	样品含糖量(g/L)	加入标准糖量(g/L)	测得总糖量(g/L)	加入糖实测量(g/L)	回收率(%)
葡萄糖	2.181	1.032	3.210	1.029	99.7
麦芽糖	32.905	2.994	35.915	3.010	100.5
麦芽三糖	14.684	1.646	16.310	1.626	98.8
麦芽四糖	0.931	0.528	1.444	0.513	97.2
麦芽五糖	0.466	0.556	1.020	0.554	99.6

从表4中可见，本方法回收率较高。

2.4 样品分析

将1.5中制备的待测液进样10 μ l，进行HPLC分析，其谱图见图2。



1.葡萄糖 2.麦芽糖 3.麦芽三糖 4.麦芽四糖 5.异麦芽四糖 6.麦芽五糖 7.异麦芽五糖

图2 高麦芽糖浆样品色谱图

从图2中可见，样品中不含有六糖以上的低聚糖，在四糖和五糖的后面分别出现一个小峰，是四糖和五糖异构体。

根据浓度与峰面积的对数线性回归方程求出本实验室制得的高麦芽糖浆中各种糖分的浓度，见表5。

表5 高麦芽糖浆各组分浓度

组 分	浓度(g/L)
葡萄糖	22.43
麦芽糖	269.59
麦芽三糖	109.80
麦芽四糖	6.99
异麦芽四糖	2.5
麦芽五糖	1.5
异麦芽五糖	10.47

根据各组份浓度计算出各种糖分占总糖的百分含量, 见表6。

表6 高麦芽糖浆各组分的百分含量

组 分	含量(%)
葡萄糖	5.29
麦芽糖	63.69
麦芽三糖	25.94
麦芽四糖	1.65
异麦芽四糖	0.59
麦芽五糖	0.35
异麦芽五糖	2.49

本实验室制得的高麦芽糖浆麦芽糖含量为60%, 产品无色透明, 无异味, 达到高麦芽糖浆生产的质量要求。

3 结 论

本方法测定高麦芽糖浆, 方法简单、分析速度快、重现性好、分离效果好, 能满足分析要求。本实验室制备的高麦芽糖浆麦芽糖含量为63.69%, 已达到高麦芽糖浆生产的质量要求。

参 考 文 献:

- [1] 尤新. 淀粉糖品生产与应用手册[M]. 中国轻工业出版社, 1999.
- [2] 段刚, Dr Jayk Shetty. 各类麦芽糖浆的生产工艺[J]. 中国食品工业, 2001, (7): 24-26.
- [3] 吴红京, 唐根源, 李昊, 等. 高效液相色谱法在双酶协同作用酶解淀粉制取麦芽低聚糖工艺研究中的应用[J]. 色谱, 1999, 17(2): 208-210.
- [4] 吴红京, 唐根源, 黄志通, 等. 测定异麦芽低聚糖组分的高效液相色谱法[J]. 分析测试学报, 2002, 21(1): 63-64.

顺, 反-白藜芦醇甙和顺, 反-白藜芦醇 高效液相色谱分离研究

郭新颜

(诺维信中国投资有限公司, 北京 100085)

摘 要: 研究利用高效液相色谱分离顺, 反-白藜芦醇甙和顺, 反-白藜芦醇。结果显示, 以 ACN 和 H₂O 为流动相, 采用梯度洗脱。在 25min 内有效分离顺, 反-白藜芦醇甙和顺, 反-白藜芦醇。

关键词: 高效液相色谱; 白藜芦醇甙; 白藜芦醇

Separation Study on Cis Trans Piceid and Cis Trans-resveratrol by HPLC

GUO Xin-yan

(Novozymes China, Beijing 100085, China)

Abstract: Separation of cis,trans-piceid and cis,trans-resveratrol by High-performance Liquid Chromatography was studied. When mobile is ACN and water were used with gradient, cis,trans-piceid and cis,trans-resveratrol could be separated by HPLC effectively in 25min.

Key words: HPLC; resveratrol; piceid separation

中图分类号: TS2

文献标识码: B

文章编号: 1002-6630 (2004) 03-0152-04

收稿日期: 2003-06-30

作者简介: 郭新颜 (1975-), 女, 硕士, 研究方向为酶在食品中的应用。