

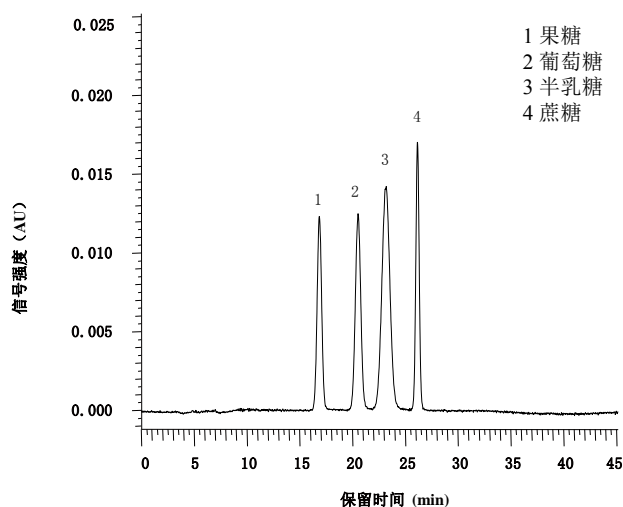
■ 枣中糖类的测定（二）（磷酸-苯胍柱后衍生法）

糖类是自然界中广泛分布的一类重要的有机化合物，是一切生命体维持生命活动所需能量的主要来源。枣果不仅是滋补佳品，也是一味传统的中药，并且枣中的糖类含量很高。

本报告中利用磷酸-苯胍柱后衍生法进行糖类的分析，色谱柱将糖类分离，再与磷酸-苯胍溶液在高温下反应，使用有选择性，高灵敏度的荧光检测器进行检测，梯度洗脱可以多种糖成分同时分析。此方法克服了示差折光检测器的低灵敏度不能梯度洗脱的缺点。

硅胶基质色谱柱的测定，色谱峰的峰形尖锐，分离度改善很多。

■ 标准样品测定例



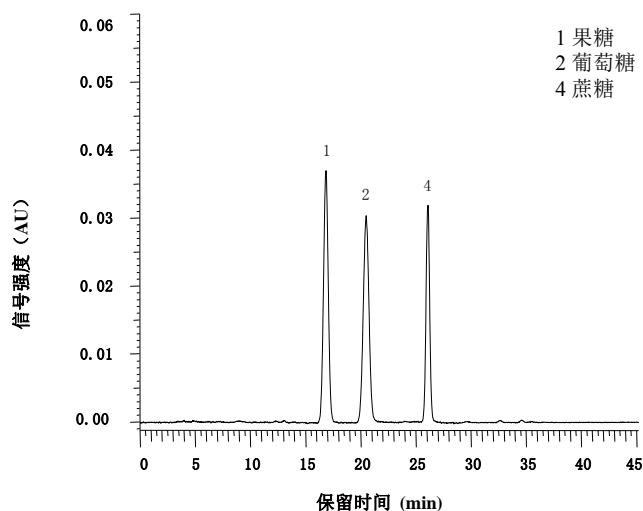
标准样品的色谱图(浓度: 100 mg/L)

[分析条件]

色谱柱 : HITACHI LaChrom NH2 (5 μm)
4.6 mm I.D. × 250 mm
流动相 : A:乙腈
B:水
C:10%磷酸 (A,B,C梯度洗脱)
流动相流速 : 1.0 mL/min
反应溶液 : *磷酸苯胍溶液
洗净液 : 70%乙醇溶液
反应液流速 : 0.4 mL/min
反应温度 : 150 °C
柱温 : 40 °C
检测波长 : FL Ex: 330 nm Em: 470 nm
进样量 : 10 μL

*磷酸苯胍溶液: 磷酸/醋酸/苯胍=220 mL/180 mL/6 mL

■ 枣样品的分析结果



新疆果满堂玉枣的色谱图

[样品的预处理]

枣样品去核，置于50 °C干燥箱烘干，粉碎机粉碎成粉
|
取枣粉5.00 g，置于三角瓶中，在50 °C恒温水浴中用乙醇进行提取，每次100 mL，每次2 h，提取3次
|
合并提取液，离心，过滤，
|
滤液在旋转蒸发仪上蒸干，用水定容至100 mL
|
过滤，用水稀释一定倍数，待上机分析

应用磷酸-苯胍柱后衍生法对大枣样品进行了糖成分的分析，结果在枣中检测到果糖、葡萄糖和蔗糖成分，并且均得到很好的分离效果。

■ 枣中糖类的测定2 (磷酸-苯胍柱后衍生法)

■ 系统适用性 (100 mg/L 糖标准混合液)

项目	理论塔板(N) (以蔗糖计)	分离度(R) (葡萄糖和半乳糖)
数值	32210	4.18

对色谱柱的系统适用性进行了确认, 理论塔板数按蔗糖峰计算, 分离度以葡萄糖和半乳糖的分离度计算, 结果得到色谱柱的理论塔板数和分离度如表所示。

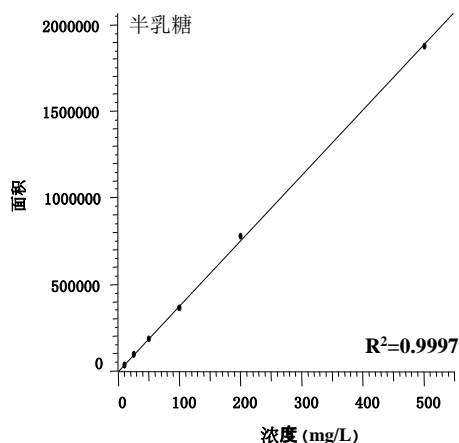
■ 重现性 (100 mg/L 糖标准混合液, n=6)

成分	果糖	葡萄糖	半乳糖	蔗糖
保留时间 (%RSD)	0.05	0.17	0.16	0.09
峰面积 (%RSD)	0.86	0.98	1.00	0.94

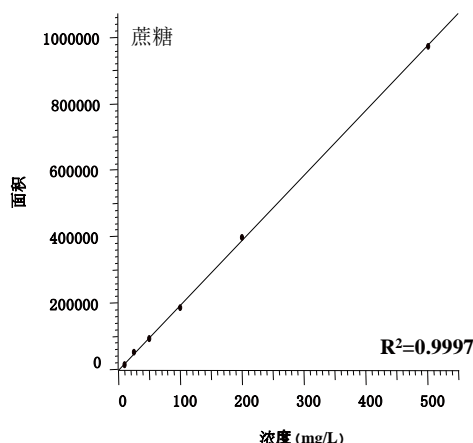
■ 线性

各种糖成分在10~500 mg/L标准混合液的浓度范围内, 得到了 $R^2 \geq 0.9995$ 良好的线性关系。

糖成分的标准曲线 (以半乳糖和蔗糖为例)

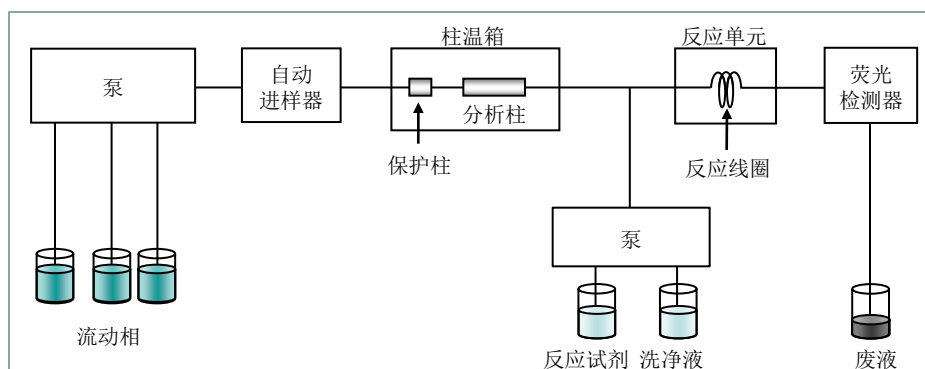


半乳糖的标准曲线



蔗糖的标准曲线

■ 流路图



磷酸-苯胍柱后反应系统的管路流路图

仪器配置: Chromaster 5110 泵, 5210 自动进样器, 5310 柱温箱, 5410 UV检测器, 5510反应单元。

注意: 本资料所示数据仅为测定例用数据而非可保证仪器性能的数据。
本仪器只是研究用仪器, 而不是诊断、治疗或预防人或动物疾病的医疗仪器。