

检测分析

肌醇的高效液相色谱分析

厦门大学环科中心
漳州大学食品化工系

许鹏翔
陈翠莲
袁东星

饲料添加剂中肌醇的经典分析方法是重量法。该法在样品中加入硫酸-乙酸酐混合液,加热使肌醇生成六乙酰肌醇,用三氯甲烷提取六乙酰肌醇,将三氯甲烷蒸发至干,残留的六乙酰肌醇经干燥称量,再换算成样品中肌醇的含量。三氯甲烷是污染环境、对人体有毒的物质,经典分析方法中每测一个样品至少将100mL的三氯甲烷排放到大气中,在危害操作者健康的同时增加了臭氧层的

的耗竭物质。同时,个别生产厂家为谋取暴利,可能在肌醇中混加葡萄糖,而经典的重量分析法会将葡萄糖的乙酰化产物一起计为肌醇含量。针对经典分析方法的不足,本研究用甲醇溶解样品的乙酰化产物,以高效液相色谱分离六乙酰肌醇和葡萄糖的乙酰化产物。试验表明,本方法污染小、简便、准确、重现性好。

1 试验材料与方法

1.1 仪器 美国 Waters 高效液相色谱系统,包括 Waters510 泵、WatersU6k 进样阀、Waters 484 紫外可见分光光度检测器;上海大华仪表厂自动台式记录仪;美国 Beckman 紫外分光光度计。

1.2 试剂 甲醇(HPLC级,使用前经0.45 μ m滤膜过滤);乙酸酐(A.R);0.15mol/L硫酸(A.R)水溶液;二次去离子水;肌醇标样和样品(由厦门华鼎动物饲料保健品公司提供)。

1.3 样品制备 参照肌醇的常规分析方法,对样品中的肌醇进行乙酰化反应。准确称取肌醇标样

与肌醇样品各约30mg于25mL容量瓶中,各加入1mL乙酸酐和10mL 0.15mol/L硫酸溶液,置于100 $^{\circ}$ C水浴锅加热20min,取出放冷,加入10mL二次水,再用水浴锅加热20min,放冷后用甲醇稀释至刻度,得六乙酰肌醇的甲醇溶液备用。标样溶液用甲醇稀释成不同浓度,用于绘制工作曲线。

1.4 色谱分析 色谱柱为 Waters μ bondpak C₁₈ 柱,粒度5 μ m,内径4.1mm,长度300mm。流动相为50%体积分数甲醇水溶液,流速1mL/min。检测波长220nm。定量分析采用工作曲线法,分析结果以峰高或峰面积计算。

2 结果与讨论

2.1 检测波长的选择 取六乙酰肌醇的甲醇溶液,以甲醇为参比,在190nm至350nm区间用紫外分光光度计进行扫描。紫外吸收光谱图表明,样品在215nm处有最大吸收。本试验选择220nm为检测波长。

2.2 流动相中甲醇浓度的选择 配制一系列不同浓度的甲醇水溶液作流动相,选择流动相中的最佳甲醇浓度。试验表明,50%体积分数甲醇为流动相时,六乙酰肌醇的色谱保留时间合适,为6min,可与乙酸完全分离,峰型对称。葡萄糖乙酰化产物的色谱保留时间较长,为7min,与六乙酰肌醇可部分分离。

2.3 样品测试 对几个肌醇样品检测结果见表。纯度不高的肌醇样品5的色谱图明显地显示了部分分开的肌醇乙酰化产物和葡萄糖乙酰化产物的谱峰。重现性较好,结果令人满意。

附表 几个肌醇样品的分析结果 %

	分析结果		平均
	X1	X2	
1	100.6	99.3	99.9
2	106.2	102.7	104.5
3	101.9	97.0	102.5
4	56.8	56.2	56.5
5	65.4	65.9	65.7

3 结束语

本研究建立了饲料添加剂中肌醇的高效液相色谱分析法,方法简便、快速、重现性好,对保护环境、打击假冒伪劣商品都具有积极意义。

[通讯地址:福建厦门市厦门大学环科中心,邮编:361005]