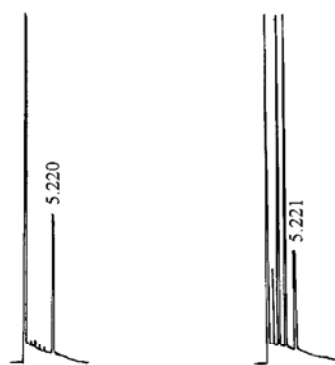


V —试样定容体积, mL; h_2 —标准溶液峰高或峰面积; m —试样量, g。

2.6 色谱图



肌醇标准色谱图

试样色谱图

3 结果与讨论

3.1 分离条件的选择 为使该方法能够在基层得以普及,同时考虑到目前分析技术的发展、以及以较少的仪器设备完成更多的分析需要,故选用了中等极性毛细管柱 BP-5 进行分离,效果较好。

3.2 前处理方法的选择 由于保健食品成分较复杂,并且考虑到肌醇本身的化学性质,故选用硅烷化反应来对试样进行净化。加入三次无水乙醇并最后浓缩至干的目的是为了除去试样中的水分,以保证硅烷化反应完全。在硅烷化试剂的选择中,选用常用的硅烷化试剂三甲基氯硅烷、六甲基二硅氮烷、二甲基甲酰胺。通过将三者进行不同配比发现在 1:2:8 的条件下,硅烷化效果最好。

3.3 气相色谱条件的选择 考虑到肌醇硅烷化后需要较高的气化温度,故进样口温度选择为 245℃。硅烷化之后有杂峰出现,为使被分析物与杂峰较好分离、又不使分析时间过长,选择的柱温为 190℃。

3.4 方法的线性范围 分别配制浓度为 0.050、0.100、0.500、1.000、5.000 mg/mL 肌醇标准溶液,在给定的仪器条件下进行气相色谱分析,以峰面积对浓度作校正曲线,得线性回归方程和线性相关系数分别为: $y = 39065.37x - 629.94$, $r = 0.9998$ 。

3.5 方法的准确性 根据试样测定步骤,做两个浓度加标回收试验,每个浓度作六个平行样,低浓度(0.100 mg/mL)平均回收率为 92.7%,高浓度(3.000 mg/mL)平均回收率为 95.9%。

3.6 方法的精密度 准确量取某日本保健饮料料、某美国保健品各 6 份,经前处理后连续进样得结果如表 1。

表 1 试样肌醇精密度测定

试样编号		1	2	3	4	5	6	\bar{x}	RSD %
某日本饮料	mg/mL	48.6	51.3	51.6	49.4	50.1	49.6	50.1	2.1
某美国保健品	mg/g	19.4	20.7	18.3	19.9	21.6	19.1	19.8	5.4

3.7 实际试样测定与稳定性情况 市售保健食品肌醇测定结果见表 2。从检测结果看试样的标示量与实际检测结果是吻合的,这可能与肌醇本身化学性质非常稳定有关,其稳定性情况见表 3。

表 2 市售保健食品肌醇测定结果

试样	肌醇标示量	肌醇检测量
保健饮料	50 mg/100mL	49.7 mg/100mL
全营养素片	20 mg/g	19.7 mg/g
营养素片	1.5 mg/g	1.45 mg/g
功能饮料	无	44.5 mg/100mL
功能饮料	20 mg/100mL	22.1 mg/100mL

表 3 试样中肌醇稳定性试验结果

日期试验	保健饮料	全营养素片
97.4.21	49.6 mg/100mL	19.6 mg/g
98.3.09	49.5 mg/100mL	19.6 mg/g

4 结论 使用硅烷化法作为净化手段,选用 BP-5 毛细管柱,氢火焰检测器检测保健食品中的肌醇,适用于饮料、片剂,具有分离效果好,无干扰,线性范围

宽、时间短等优点,回收率及精密度符合食品分析的要求,适合基层开展此项检验工作。该方法目前适用于片剂、功能性饮料的检测,一般食品中肌醇含量的测定方法正在研究中。

5 参考文献

- 张楚富,林清华,梁会. 高碘酸钠氧化法测定肌醇含量. 武汉大学学报(自然科学版),1996,42(2):215~217
- Russell W. Chong, Brenda J. Moore. Determination of citrate, inositol and gentisic acid in a pharmaceutical diagnostic formulation by ion-moderated partition chromatography. Journal of Chromatography A, 1995,692:203~205
- C. Burbano, M. Muzquiz, A. Osagie, et al. Determination of phytate and lower inositol phosphates in Spanish legumes by HPLC methodology. Food Chemistry, 1995,52(3):321~325
- 国家技术监督局. 婴幼儿配方食品和乳粉肌醇的测定. GB/T 5413.25—1997. 1998—09—01

·实验技术与方法·

保健食品中肌醇含量测定方法研究

杨大进 方从容 王竹天 卫生部食品卫生监督检验所 (100021)

肌醇是一种带有6个羟基的6碳化合物,无色、水溶性、味甜,耐酸、碱及热。肌醇有9种形式,但唯有肌型肌醇具有生物活性。40年代所作的动物试验结果就表明肌醇是一种必需的营养因子,后来的研究亦指出动物饲料中需要含有肌醇。肌醇除了来自食物,也可在细胞内合成。实际上所有动物和植物的细胞中都含有相当量的肌醇。在动物细胞内,肌醇以磷脂成分的形式存在,在植物细胞中,以植酸形式存在。肌醇大部分储存于脑、心肌和骨骼肌肉中。目前,肌醇的分析采用滴定法、高压液相色谱法和微生物法,但滴定法、高压液相色谱法适用面较窄,不能用于食品分析,^(1~3)微生物法多用于食品分析。⁽⁴⁾为对含肌醇的保健食品进行有效的监督检验,需要建立简便、快速有效的方法,为此,我们建立了硅烷化净化、气相色谱定性定量的方法,结果令人满意。

1 原理 试样经硅烷化净化处理,以石油醚提取,气相色谱氢火焰检测器定性定量检测。

2 材料与方 法

2.1 试剂 无水乙醇、正己烷,分析纯。无水硫酸钠,分析纯。三甲基氯硅烷、六甲基二硅氮烷、二甲基甲酰胺。肌醇标准溶液:将肌醇标准品(日本大正制药株式会社提供,纯度100.0%)在 $100 \pm 5^\circ\text{C}$ 干燥4 h,准确称量0.0500 g,溶于乙醇溶液(3→10),准确配成100 mL溶液。此溶液每毫升含0.500 mg肌醇。

硅烷化试剂 将三甲基氯硅烷、六甲基二硅氮烷、二甲基甲酰胺以1:2:8的体积比混合制成,临用时现配。

2.2 仪器 气相色谱仪GC-9A,(日本岛津),附氢火焰检测器(FID);旋转蒸发仪RE-111,瑞士BUCHI产品;超声波清洗器CX-250,北京医疗设备二厂产品。

2.3 试样预处理

2.3.1 将固体试样研成粉末,准确称取一定量于试管中,加入乙醇溶液(3→10),使浓度为每毫升中含肌醇约0.5 mg。液体试样如浓度过高可用乙醇溶液(3→10)稀释至每毫升含肌醇0.5 mg。

2.3.2 准确量取1 mL试样溶液于旋转蒸发仪浓缩瓶中,加入5 mL无水乙醇,于 60°C 旋转蒸发仪上浓缩至剩有少量液体,之后再每次加入5 mL无水乙醇直至浓缩瓶中液体完全除去。

2.3.3 向浓缩瓶中准确加入硅烷化试剂5 mL,使用超声波振超至瓶中内容物完全分散。在 70°C 水浴中加热10 min。冷却后加入10 mL水,再准确加入3 mL正己烷,混摇后放置10 min,3500 r/min离心5 min,取出正己烷层,加入少量无水硫酸钠,轻轻混摇后放置,取上清液进样。

准确量取2.1中肌醇溶液1 mL,并按试样2.3.2起操作,可得肌醇标准溶液。

2.4 色谱条件 色谱柱,BP5 25m×0.32mm i. d.石英弹性毛细管柱;气体流速:载气(N_2) 50 mL/min,尾吹气(N_2) 50 mL/min,氢气 $0.5 \text{ kg}/\text{cm}^2$,空气 $0.5 \text{ kg}/\text{cm}^2$,分流比1:50;柱温: 190°C ;检测器(FID)及进样口温度: 245°C ;衰减:5;纸速:2。

色谱分析 量取1 μL 标准溶液及试样净化液注入色谱仪中,以保留时间定性,以试样峰高或峰面积与标准比较定量。

2.5 计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times V \times 100}{h_2 \times m} X$$
—试样中肌醇的含量,mg/100 g; h_1 —试样峰高或峰面积; C —标准溶液浓度,mg/mL;