



婴幼儿乳品中肌醇的测定

AF10015

应用及技术服务部

摘要: 本实验以 GB 5009.270-2016 第二法为依据, 用 DA-50+ 50% 苯基-甲基聚硅氧烷气相色谱柱对婴幼儿乳品中的肌醇进行了测试。样品用水和乙醇提取后, 与硅烷化试剂衍生, 正己烷提取, 经 DA-50+ 50% 苯基-甲基聚硅氧烷气相色谱柱分离, 气相色谱-氢火焰离子化检测器 (GC-FID) 检测, 外标法进行定量。结果表明, DA-50+ 50% 苯基-甲基聚硅氧烷气相色谱柱 (60 m × 0.25 mm × 0.25 μm) 分离婴幼儿乳品中的肌醇分离度良好, 且峰形良好, 能够满足检测要求。

关键词: DA-50+ 50% 苯基-甲基聚硅氧烷; 婴幼儿乳品; 肌醇; GC-FID

前言

肌醇, 中文别名: 肌糖; 环己六醇; 纤维醇 (肌糖)。肌醇广泛分布在动物和植物体内, 是动物、微生物的生长因子。最早从心肌和肝脏中分离得到。主要用于治疗肝硬化、肝炎、脂肪肝、血中胆固醇过高等症。肌醇是广泛存在于食物中的一种物质, 结构类似于葡萄糖。在动物细胞中, 它主要以磷脂的形式出现, 有时则称为肌醇磷脂。在谷物中则常与磷酸结合形成六磷酸酯即植酸, 而植酸能与钙、铁、锌结合成不溶性化合物, 干扰人体对这些化合物的吸收。但大豆中的肌醇则为游离状态。肌醇是一种“生物活素”, 参与体内的新陈代谢活动, 具有免疫、预防和治疗某些疾病等多种作用, 在发酵和食品工业中, 可用于多种菌种的培养和促进酵母的增长等、高等动物若缺乏肌醇, 将会出现生长停滞和毛发脱落等现象, 人体每天对肌醇的需求量是 1 - 2g, 许多保健饮料和儿童食品都加有微量肌醇。

实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

气相色谱仪-氢火焰离子化检测器



试剂材料

无水乙醇、正己烷均为色谱纯；

三甲基氯硅烷、六甲基二硅胺烷、N,N-二甲基甲酰胺为分析纯

肌醇标准品（纯度 99%）；

95%乙醇溶液：量取 95 mL 无水乙醇，用水定容至 100 mL，摇匀；

硅烷化试剂：分别吸取体积比为 1 : 2 的三甲基氯硅烷和六甲基二硅胺烷，超声混匀。现用现配。

注：N,N-二甲基甲酰胺、三甲基氯硅烷和六甲基二硅胺烷必须保证当三者混合后无白色浑浊现象时方可使用。

样品制备

称取已研磨混合均匀的样品 1 g 于 50 mL 容量瓶中，加入 12 mL 40℃ 温水溶解试样，超声提取 10 min，用 95% 乙醇溶液定容至刻度，混匀。静置 20 min 后，取 10 mL 置于 15 mL 离心管中，以不低于 4000 r/min 离心 5 min。取上清液 5 mL 于鸡心瓶中，向鸡心瓶中加入 10 mL 无水乙醇，在 80℃ 旋转蒸发至近干时再加入 5 mL 无水乙醇继续浓缩至干，将鸡心瓶转移至烘箱中 100℃ ± 5℃ 烘干 1 h。加入 10 mL N,N-二甲基甲酰胺，超声溶解 5 min 并转移至 50 mL 离心管中，加入硅烷化试剂 3 mL 并放于 80℃ ± 5℃ 水浴中衍生反应 75 min，其间每隔 20 min 取出振荡一次。然后取出冷却至室温，加入 5 mL 正己烷，振荡混合后静置分层。取上层液 3 mL 于预先加少许无水硫酸钠的离心管中，振荡后以不低于 4000 r/min 离心，此为试样测定液。

实验条件

气相条件

气相色谱柱：DA-50+ 50% 苯基-甲基聚硅氧烷色谱柱 60 m × 0.25 mm × 0.25 μm

进样口温度：280℃；检测器温度：300℃

分流比：10 : 1；进样量：1.0 μL。

升温程序见表 1

表 1 升温程序

升温速率 (°C/min)	温度 (°C)	持续时间 (min)
初始温度	120	0



10	190	50
10	220	3

结果与讨论

实验结果

经图 1 可知，使用 DA-50+ 50% 苯基-甲基聚硅氧烷色谱柱检测婴幼儿乳品中的肌醇，分离度良好，且峰形良好，能够满足检测要求。

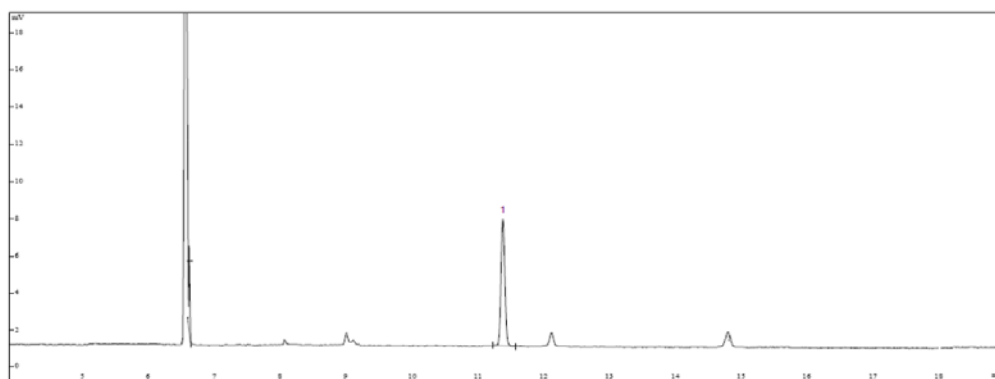


图 1 婴幼儿乳品中的肌醇（色谱峰 1）

结论

本实验依据 GB 5009.270-2016 第二法，用 DA-50+ 50% 苯基-甲基聚硅氧烷色谱柱检测婴幼儿乳品中的肌醇，并结合气相色谱-氢火焰离子化检测器对样品进行了检测，结果分离度良好，且肌醇峰形良好，说明 DA-50+ 50% 苯基-甲基聚硅氧烷色谱柱能够用于婴幼儿乳品中肌醇的检测。

注意事项

试液提取过程中，蒸干时要确保没有残留的水分，否则会影响下一步的衍生；衍生过程中要严格控制反应时间及反应温度，其对实验结果影响较大。



附：相关产品

产品名称	规格描述	包装数量	订货号
DA-50+ 50% 苯基-甲基聚硅 氧烷色谱柱	60 m × 0.25 mm × 0.25 μm	1 支	5025-6002
1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/pk	1109-0519
1.5mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶 /米色 PTFE 隔垫 45° Shore A; 1.0 mm	100/pk	0915-1819