

亚硝胺和亚硝酰胺。这些亚硝基化合物均是致癌因子。同时,肉品中残留的 NO_2^- 还是一种致畸剂,孕妇摄入大量 NO_2^- 后会引发胎儿先天畸形。近 30 年来还证实,高硝酸盐摄入能减少人体碘的硝化吸收,导致甲状腺肿。此外,进入体内的 NO_2^- 能同血中 Hb 结合,影响人体中 Hb 同氧的结合,易导致正铁血红蛋白症等。本实验研究经反复多次试验,在最佳条件下合成制取 Hb-NO 方法是可行的,添加到香肠等肉制品的效果较为理想,色泽、风味、稳定性、保存性与对照组无差别,同时大大降低了肉制品中 NO_2^- 的残留量,只为对照组 $1/13(1.75 \times 10^{-6})$,真正实现低硝肉制品,保证了肉制品的安全性。

3.2 在 Hb-NO 合成制取过程中,合成制取最佳反应条件为:pH 值为 6.2(用乳酸 NaHCO_3 调节), NaNO_2 用量为 0.52g/100ml 血液。异 VC 用量为 0.2g/100ml 血液,尼克酰胺用量为 0.1g/100ml 血液。合成制取的同时,必须要进行有效地破胞处理,才能获得最高 Hb-NO 粉得率。

3.3 Hb-NO 溶解性的研究,不同的溶剂对溶解速

度影响较大,经研究,Hb-NO 在蒸馏水的溶解度为 44.1%,在 0.04ml/L Na_2CO_3 溶液中的溶解度为 38.2%。但在应用中只要注意正确添加程序,能得到很好的效果。

3.4 Hb-NO 的溶解度还与 Hb-NO 的组织状态密切相关,从加工工艺的角度来看,采用喷雾干燥方法,使用时溶解度良好,若喷雾干燥前,加入一定量助溶剂,其溶解度将明显提高,取得良好效果。

参考文献

- 1 张坤生,任云霞.亚硝基血红蛋白合成条件的优化及其特性.食品科学,1998.19(6).
- 2 马美湖,谭敬军,香肠无硝新方法的研究,中国畜产与食品,1997.4(2).
- 3 耿欣,孙保华.无硝或低硝肉品腌制系统.肉类研究,1999.13(3).
- 4 马美湖主编.现代畜产品加工学.湖南科技出版社,1996.8.
- 5 凌关庭主编.食品添加剂手册.化学工业出版社,1989.12.

高效液相色谱法直接测定肌醇样品中肌醇的含量

王咏酶 河北保定师范专科学校化学系 071051

金晓英 袁东星 林庆梅 厦门大学环境科学研究中心 361005

摘要 研究了用高效液相色谱直接测定肌醇的新方法。采用 Waters Sugar Pak1 柱,以纯水为流动相,对样品中的肌醇和葡萄糖进行分离,用紫外光度检测器在波长 196nm 处进行测定。方法简便、快速、准确、无污染,适用于肌醇样品中肌醇的定量测定。

关键词 高效液相色谱法 肌醇 葡萄糖

Abstract A new method for direct determination of inositol with high performance liquid chromatography has been developed. Inositol and glucose in sample had been separated with Waters Sugar Pak I column by using H_2O as mobile phase and UV detector at 196nm. The method was simple, rapid and reliable.

Keywords HPLC Inositol Glucose

肌醇是一种营养剂,具有促进细胞生长和防止细胞老化的医疗作用,是常用的饲料添加剂。同时它又是抗脂肪肝的药物,还是制造药物的中间体。近年来,肌醇被用于开发高级化妆品。肌醇的经典分析方法是重量法^[1],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。三氯甲烷是对环境对人体有害的物质,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耗竭物质。同时,个别厂家为谋取暴利,在肌醇中混和葡萄糖,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的含量。针对经典分析方法的不足,我们曾用甲醇溶解样品中肌醇和葡萄糖的乙酰化产物,以高效液相色谱法分离六乙酰肌醇和葡萄糖的乙酰化产物,从而实现肌醇和葡萄糖的分离测定^[2]。但是,样品仍需要经过乙酰化过程,操作仍嫌繁琐。本研究用纯水直接溶解样品,以分离糖的专用柱分离肌醇和葡萄糖,准确测定了肌醇样品中的肌醇的含量,获得了比较满意的结果。采用此法可进行肌醇产品纯度的常规分析。

1 仪器、材料和实验方法

1.1 仪器

美国 Waters 高效液相色谱系统,配有 Waters510 泵, WatersU6K 进样阀, Waters484 紫外可见分光光度检测器, HPSERIES1100 示差检测器。色谱柱为 Waters Sugar - Pak I 柱 (30cm × 6.5mm.), 上海大华仪表厂自动台式记录仪。

1.2 材料

肌醇标样和样品 (厦门华鼎动物饲料保健品公司提供) 葡萄糖 (上海葡萄糖厂, 分析纯)。

1.3 实验方法

准确称取一定量的肌醇标样, 用纯水溶解, 配制浓度分别为 5.0、10.0、15.0、20.0、30.0mg/ml 的系列标准溶液。用同样方法配制样品, 分别进样 10μl, 分析结果以峰高计算。色谱条件: 检测波长 196nm, 柱温为 65℃, 流动相为新制的反渗透去离子水 (煮沸、冷却), 流速 0.4ml/min, 进样量为 10μl。

2 实验与讨论

2.1 分离柱的选择

分离柱是高效液相色谱的核心, 其对组分的分离度将直接影响分析结果。分别采用 Waters Nova - Pak C18 柱 (15cm × 3.9mm)、Waters μBondaPak C18 柱 (30cm × 4.1mm) 及 Waters Sugar - Pak I 柱 (30cm × 6.5mm), 以纯水为流动相。分别进行肌醇和葡萄糖的分离试验。结果表明, Waters Nova - Pak C18 柱和 Waters μBondaPak C18 柱对肌醇和葡萄糖无显著分离, 即使在流动相中添加高达 0.1mol/L 的 KH₂PO₄ 以提高离子强度, 分离效果仍极不理想, 而 Waters Sugar - Pak I 柱对肌醇和葡萄糖有良好分离, 故选择 Waters Sugar - Pak I 柱为最佳分离柱。

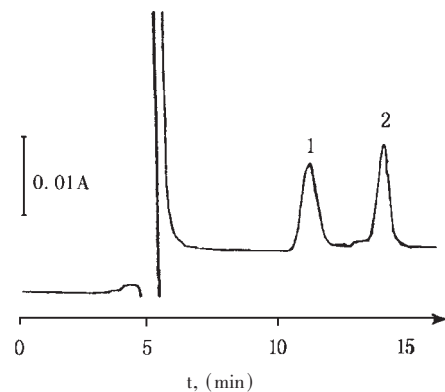
2.2 色谱柱柱温的选择

根据 Waters Sugar - Pak I 柱的特性, 分别考察了

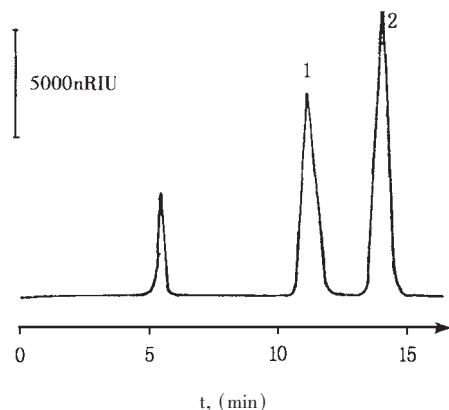
流动相流速为 0.4ml/min, 柱温分别为 80℃, 75℃, 70℃, 65℃, 及流动相流速为 0.2ml/min, 柱温分别为 50℃、55℃、60℃ 时葡萄糖与肌醇的分离效果, 以选择最佳柱温结果表明, 本实验的最佳柱温为 65℃, 此时得到的谱峰峰形对称, 信号响应值较高, 保留时间合适, 即葡萄糖为 11.67min, 肌醇为 14.59min。

2.3 检测器的比较

一般来说, 单糖的紫外直接测量较为困难, 因其吸收峰波长很低, 且吸收系数很小, 故常用示差检测器进行检测。本实验分别采用紫外和示差两台检测器, 对肌醇和葡萄糖的混合标液 (浓度均为 10mg/ml) 进行测试, 其色谱图见图 1。采用紫外检测器时, 灵敏度档为 0.100AUFS, 记录仪量程为 5mV, 此时测得肌醇峰高为 22.9mm; 采用示差检测器时, 记录仪量程为 50mV, 测得肌醇峰高为 63.0mm。以上结果表明示差检测器有较高的灵敏度。但鉴于紫外检测器更通用, 且肌醇样品分析为常量分析, 对灵敏度要求不高, 紫外检测器还是一种便利的选择。



1a. 紫外检测所得的色谱图 (λ = 196nm)



1b. 示差检测所得的色谱图

峰指定: 1. 葡萄糖 2. 肌醇

色谱柱: Waters Sugar - Pak I (30cm × 6.5mm), 柱温 65℃

流动相: 纯水, 流速 0.4ml/min

图 1 肌醇和葡萄糖的色谱图

表1 几个肌醇样品的分析结果

样号	分析结果, % ,W/W		相对平均偏差(%)
	X1	X2	
1	98.66	98.60	7.8
2	15.56	14.39	4.0
3	98.60	94.73	1.3
4	79.95	78.90	4.4
5	46.88	48.99	*
6	0	0	4.9
7	56.02	58.48	5.2
8	48.63	46.17	

*样品中肌醇未检出,检出的成分为葡萄糖

2.4 标准工作曲线

以肌醇谱峰高(y)对肌醇标液浓度(x)作标准工作曲线,浓度范围为5mg/ml~30mg/ml,得回归方程 $y = 0.1421x + 0.5078$, $r = 0.9998$, $n = 5$ 。

2.5 样品测试结果

对几个肌醇样品的检测结果见表1。本法重现性较好,结果令人满意。

3 结论

本研究建立了肌醇样品中肌醇含量的直接高效液相色谱分析法,实现了肌醇与葡萄糖的分离测定,方法简便、快速、重现性好、无污染,对保护环境,打击假冒伪劣商品都具有积极的意义。

参考文献

- 1 梁冬生,张辉.饲料添加剂分析手册.北京:国家饲料质量监督检验测试中心,1994,158~159.
- 2 陈翠莲,许鹏翔,袁东星.肌醇的高效液相色谱分析.中国饲料,1998,12:28.

微波溶样——石墨炉原子吸收法 测定鸡蛋中的铬

韩华云 郑州大学分析测试中心 450052

杜斌 河南医科大学药学系 450052

郭金伏 安阳师范学校 450040

韩秀丽 郑州大学北区化工系 450052

摘要 测定食品中微量铬时,传统的预处理方法有干法灰化和硫酸—过氧化氢氧化法^[1],前者炭化时间长,耗时耗电,后者需大量试剂,产生的酸雾污染环境,且少量的油脂不易被消化完全。本文利用微波消解鸡蛋,并对几种处理方法造成的结果差异进行了比较,发现利用微波技术消化样品简单快速、省试剂、少污染。利用石墨炉原子吸收法测铬,检出限 7.9×10^{-11} g/ml,相对标准偏差2.3%($n = 10$),回收率96.0%~101.0%,结果满意。

关键词 微波溶样 石墨炉原子吸收 铬

Abstract In order to determine Chromium in foods conventional solution method was cineration or oxidation in $H_2SO_4 - H_2O_2$. Cineration cost long time and much power while oxidation needed a lot of agents. These methods heavy Produce acid fog. The environment was pollutd. and somelipid could nof be digested thoroughly. In this paper weredigested and treated eggs with microwave, and the test results were compared. The results showed that this method of processing eggs with microwave was rapid, and convenient. The determination limit of Cr was 9.7×10^{-11} g. ml⁻¹, the relative standard deviation(RSD)($n = 10$) was 2.3% and the recovery rate was 96.0% - 101.0%.

Keywords Microwave process system Graphite furnace atomic absorption Chromium

60年代中期,国外就有人报道糖尿病和人体缺铬有关^[2],近几年,国内这一方面的研究报道也越来越多^[3],但令人遗憾的是,对生物物质中微量铬的分析尚无可被普通采纳的方法,这主要与样品的处理有关。受正本营养保健所的委托,我们对特种铬鸡蛋进行了分

析,并对样品的处理方法进行了研究,结果表明:采用微波溶样技术,利用热解涂层石墨管进行石墨炉原子吸收测定鸡蛋中铬,回收率高,结果满意。

1 实验部门