

图4 菊粉多糖水解后产物稀释5000倍色谱图

分离柱: CarboPacPA100 (4 × 250mm); 检测器: 脉冲安培, 金电极; 淋洗液: 100mmol/L NaOH 和 400mmol/L NaAC 梯度淋洗; 流速: 0.5ml/min。

用 CarboPacPA100 柱子分析多糖时, 有些单糖和二糖无法分离, 但聚合度在 40 以内的多糖都能很好的分离。上图中果糖和蔗糖就没有分离, 对低聚糖的分离则非常好。

5 结束语

用离子色谱法检测糖的最大优点就是它不需预先衍生就能分析几乎所有的单糖和大部分的寡糖及低聚糖, 这不仅节约了大量的时间和金钱, 而且避免了一些有毒的衍生试剂的使用, 减少了环境污染。PAD 检测器具有非常高的灵敏度。低至 pmol 级的糖类也可得

到很好的检测。但是用 PAD 检测不仅是糖类, 还有氨基酸、肽类或有机酸均能产生正的响应值, 还需要对糖的峰进行鉴别^[6]。由于糖的种类、结构多样性, 现在很难用一种分析手段对一种糖进行定性和定量分析。但离子色谱法对糖的分离和定量分析中起到很重要的作用。随着离子色谱分析技术的发展, 尤其在寡糖和多糖方面出色的分离能力, 使得它在人们对糖的研究过程起到更重要的用途。

参考文献

- [1] Varki, A. Essentials of Glycobiology 1999
- [2] Shibata S., Midura R.J. and Hascall V.C., J. Biol. Chem., 267, 1992, 6548-6555
- [3] Rohrer, J., Glycobiology, 1995, 5, 359-360.
- [4] 陈伟才等. 糖蛋白寡糖及单糖色谱分析的研究进展, 天津药学, 2000, 11;(4)
- [5] 王静, 王晴, 向文胜. 色谱法在糖类化合物分析中的应用, 分析化学 2001, 29 (2)
- [6] 于泓, 丁永胜, 牟世芬. 阴离子交换色谱积分脉冲安培检测法分离测定氨基酸注射液中的氨基酸和葡萄糖, 色谱, 2002 20(5)
- [8] 牟世芬, 刘克纳. 离子色谱方法及应用, 2000
- [9] 牟世芬, 李宗利. 阴离子交换分离-脉冲安培检测分析糖类化合物的进展, 色谱, 1995
- [10] Ziad EL Rassl. Yunghuoy Truei. Yih-Fen Maa, and Csaba Horvath. Anal. Biochem 1988. 169: 172
- [11] R D Cummings. Methods Enzymol. 1994. 230: 66

离子色谱法快速测定鱼预混饲料中的肌醇

张萍 石波 梁平

(中国农业科学院饲料研究所 北京 100081)

E-mail: zhangping@mail.caas.net.cn

摘要 采用离子色谱技术快速测定鱼预混饲料中肌醇的含量。该方法具有试样制备简单, 分析干扰少, 速度快, 结果准确等特点。

关键词 离子色谱; 肌醇; 鱼预混饲料

中图分类号 0657.7+5

Rapid Determination of Inositol in Fish Premix by Ion Chromatography

Zhang Ping, Shi Bo, Liang Ping

(Feed Research Institute of Chinese Academy of Agricultural Sciences, Beijing 100081, China)

Abstract The inositol in preblend fish feed was detected by ion chromatography, and the method was simple, rapid and precision.

Key words Ion chromatography; inositol; fish premix

收稿日期: 2004-12

作者简介: 张萍 (1956-), 女, 研究员, 中国农业科学院饲料研究所研究员, 饲料检测技术研究室主任, 一直从事土壤、饲草等生物产品检测技术的研究。

1 引言

肌醇(Inositol)的化学名称为环己六醇,是生物体内的一种必须的营养因子。目前,国内外许多大型饲料企业将肌醇作为营养型饲料添加剂添加到水产饲料当中,许多研究表明,动物体内尤其是水产动物当体内缺乏肌醇时,会对正常动物生长造成极大的危害。当前国内外对肌醇的检测方法主要有滴定法、高效液相色谱法、微生物法和毛细管气相色谱法,我国也将微生物法和毛细管柱气相色谱法检测婴儿乳粉中肌醇含量收入国标。由于饲料成分的特殊性和复杂性,上述现有的方法多不适合用于饲料中肌醇含量测定。我们曾用固相萃取-烷基化衍生-毛细管气相色谱技术研究饲料中肌醇含量的检测方法,得到了可靠的检测结果,但此方法操作烦琐费时。鉴于肌醇分子具有易溶于水、电化学活泼性及其在强碱溶液中的呈离子化状态的理化性质特性^[1],本文建立了直接用水浸提试样,采用高效阴离子交换色谱分离—脉冲安培检测技术(HPAEC-PAD^[2])测定肌醇含量的方法^[2]。

2 实验部分

2.1 主要色谱条件

色谱仪:2500 离子色谱仪,具有梯度淋洗功能及脉冲安培电化学检测器(测量电极 Au, 参比电极 Ag / AgCl);色谱柱:装有乙烯基氯 / 二乙烯基苯(粒径 7.5 μm)、大孔烷基季胺、总体功能基的阴离子交换柱, 250mm × 4mm id。

柱温:30 ;流速:0.4mL/min;进样量:20 μL;

淋洗液:NaOH 溶液 C(NaOH)=0.6mol/L。

2.2 主要试剂

除特殊注明外,本法所用试剂均为优级纯,水为去离子水

肌醇标准贮备液:1mg/mL ;

肌醇标准工作液:0.05-20 μg/mL ;

淋洗液贮备液:NaOH 溶液 C(NaOH)=10mol/L。

3 结果与讨论

3.1 标准曲线绘制

用标准贮备液稀释配置浓度为0.05、0.1、1、5、10、20 μg/mL 标准工作液系列,在给定的色谱条件下进行分析,由色谱软件计算多点工作曲线和以浓度对峰面积相关系数,结果如下:

$y=12.903x+0.0573$ $r=0.999957$

3.2 样品分析

称取经105 烘至恒重的试样0.5g(精确至0.0002g),至100mL离心管中,加水50mL,超声振荡3min,以4000rpm 离心10min,取适量上清液经0.25μm 微膜过滤器过滤,上机测定。无干扰峰见图1、2样品最低检出限1 μg/kg。

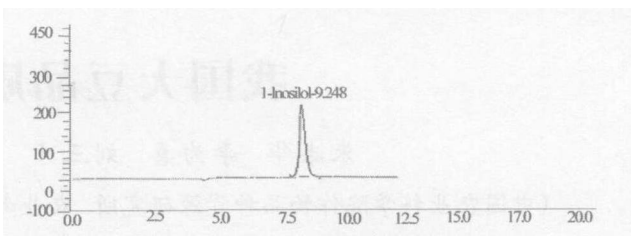


图1 10PPM 肌醇标准色谱图

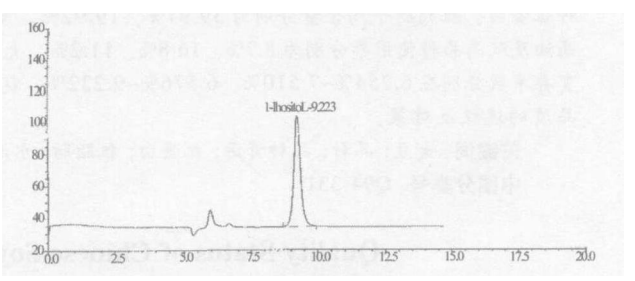


图2 0.1% 鲫鱼预混料色谱图

3.3 样品添加回收线性

称取0.1% 鲤鱼 A 料2g 共6 份,加入一定量的肌醇标准品,配制成肌醇含量为10、20、30、40、50、60、mg/g 的样品,测定样品添加回收率。其结果见表1。

表1 样品添加回收线性

样品	肌醇添加量	样品中肌醇含量	上机浓度	测定值
0.1% 鲤鱼A	g	mg/g	μg/ml	μg/ml
0	0.0000	0.000	0.000	0.000
1	0.0207	10.233	1.656	1.614
2	0.0414	20.262	3.312	3.660
3	0.0615	29.805	4.920	4.810
4	0.0802	38.523	6.416	5.952
5	0.1031	49.021	8.248	8.035
6	0.1203	56.686	9.624	9.572
$Y=0.1649x-0.0115$ $r=0.9976$				

3.4 方法的准确度、精密度

为了考察方法的准确度、精密度,分别对0.1% 鲤鱼预混料和0.1% 鲫鱼预混料中添加标准肌醇,由中国科学院生态环境研究所进行方法验证检测结果见表2。

表2 离子色谱法测定样品中肌醇添加回收率

样品	添加量	测定值	回收率	变异系数
	(mg/kg)	(mg/kg)	%	CV%
0.1% 鲤鱼 A	1 4000	4018	100.45	0.035
	2 4000	4020	100.50	
0.1% 鲫鱼 B	1 4000	4014	100.35	3.182
	2 4000	3834	98.85	

本文建立了用高效阴离子交换色谱分离-脉冲安培检测技术(HPAEC-PAD)测定鱼预混合饲料中肌醇含量的检测方法。该方法待测液制备简单,测定速度快,无干扰峰,检测数据准确可靠。

[1] 牟世芬 刘克纳编著. 离子色谱方法及应用, 北京:化学工业出版社, 2000, 97, 297

[2] Tachiki K, Yashido H, Hamase K et al. Anal. Chem. 1997, 69:4842

我国大豆品质现状及其对策

朱志华 李为喜 刘三才 刘方 张晓芳 李燕 王文真

(中国农业科学院作物品种资源研究所 农业部作物品种资源监督检验测试中心 北京 100081)

摘要 对2002年、2003年全国大豆品种和品种资源粗蛋白、粗脂肪以及水溶性蛋白质普查数据进行了分析,结果表明:全国大豆品种粗蛋白、粗脂肪、水溶性蛋白平均含量分别为41.24%、19.78%、33.3%。其中大豆主产区品种粗蛋白、粗脂肪平均含量分别为39.97%、19.92%,大豆主产区品种的品质与全国品种品质水平接近。全国高蛋白、高油及双高品种使用率分别为8.7%、16.8%、11.2%。大豆品种资源粗蛋白、粗脂肪平均含量分别为41.77%、19.75%,变异系数分别在6.254%~7.510%、6.576%~9.232%。就目前大豆品种和品种资源品质现状,文中提出了提高大豆品种品质的建议及对策。

关键词 大豆; 品种; 品种资源; 粗蛋白; 粗脂肪; 水溶性蛋白

中图分类号 Q94-331

Quality Status of Chinese Soybean and Improvement Proposal

Zhu Zhihua, Li Weixi, Liu Sancai, Liu Fang, Zhang Xiaofang, Li Yan, Wang Wenzhen

(The Supervision and Testing Center for Crop Germplasm Resources, the Ministry of Agriculture Institute of Crop

Germplasm Resources CAAS, Beijing 100081, China)

Abstract Soybean (*Glycine max*) varieties and germplasm of national quality census in 2002 and 2003 have been analyzed in terms of protein, fat and water-soluble protein contents. The analysis result showed that the average protein, fat and water-soluble protein contents of national soybean varieties were 41.24%, 19.78% and 33.3%, respectively. And therein, the average protein and fat contents were 39.97% and 19.92% in main planting zones. It indicated that varieties quality status in main planting zones appeared to be close to that in whole nation. Application varieties of high protein, high fat and high protein while high fat were in the proportion of 8.7%, 16.8% and 11.2%. The average protein and fat contents of national soybean germplasm were 41.77%, 19.75%, and variable coefficients were 6.254%~7.510% and 6.576%~9.232%. With regard to present quality status of Chinese soybean varieties and germplasm, this paper put forward advice to improve soybean quality.

Key Words Soybean; varieties; germplasm; protein; fat; water-soluble protein

1 引言

大豆蛋白是人类食物和饲用植物蛋白的主要来源,大豆油消费又是世界植物油消费之首。我国是继美国、巴西、阿根廷之后,世界四大大豆生产国之一。因此大豆的生产状况对我国国民经济和人民生活都有着重大的影响。近年来我国大豆总产量达到1400~1600万吨^[1]。大豆蛋白质、脂肪含量分别在40%、20%左右^[1,2]。随着中国大豆优势产业区划的逐步形成与完善以及大豆加工专业化和综合利用的需要,优异大豆品种及种质资源的利用已越来越引起大豆育种者和生产者

的关注^[2-5]。本文旨在通过对2002年、2003年全国大豆主要种植省(区)大豆生产品种和品种资源的蛋白质(包括水溶性蛋白)脂肪等品质的普查分析,了解我国大豆的品质状况,为推动大豆产业发展、促进大豆优势区的种植提供科学依据。

2 材料与方法

2.1 供试材料

2002年:全国14个主要大豆种植省(区)当年收获的大豆品种257份、大豆品种资源303份。

收稿日期:2004-12

作者简介:朱志华(1952-),研究员,农业部作物品种资源监督检验测试中心常务副主任,研究领域:作物遗传资源。

80

Modern Scientific Instruments 2005 1