

## 离子色谱-脉冲安培检测法测定

### 低聚半乳糖

**应用领域：**食品添加剂生产企业、婴幼儿奶粉生产企业

**关键词：**低聚半乳糖（GOS），脉冲安培检测器，离子交换色谱法

**目的：**采用离子色谱仪，利用脉冲安培检测低聚半乳糖的含量

**样品：**山东百龙创园公司生产的低聚半乳糖

#### 仪器配置：

SH-P-5 高压恒流泵

SH-V-5 四元低压梯度混合器

SH-E-5 脉冲安培检测器

#### 试剂：

超纯水：质量为 18.2MΩ·cm

磷酸二氢钾：分析纯

三水磷酸氢二钾：分析纯

浓盐酸：分析纯

氢氧化钠：优级纯

乙腈：色谱纯

半乳糖苷酶：活性约 50000U/g，

无水半乳糖：纯度≥99%

乳糖：纯度≥99%

葡萄糖：纯度≥99%

**方法概要：**用磷酸盐缓冲液提取样品中游离的低聚半乳糖和乳糖，采用半乳糖苷酶将提取液中低聚半乳糖和乳糖酶解，将提取的初始溶液和酶处理过得溶液分别用离子色谱仪测定。第一步测定初始溶液中游离的半乳糖和乳糖，第二步测定从低聚半乳糖和乳糖中释放的半乳糖总量。利用乳糖和半乳糖的含量计算试样中低聚半乳糖的含量。此方法参照国家卫生和计划委员会得 2016 年度第 8 号公告和 GB14880 标准中的关于低聚半乳糖的规定。

#### 色谱条件：

色谱柱：PA20 阴离子交换色谱柱

柱温：30℃

流动相：洗脱梯度见表 1

时间 (min)	A%氢氧化钠 溶液 (125mmol/L)	B%乙酸钠+氢氧化 钠溶液(400mmol/L 醋酸钠，含 250mmol/L 氢氧化 钠溶液)	C%水
0	12	0	88
34	12	0	88
34.1	0	100	0
40	0	100	0
40.1	100	0	0
45	100	0	0
45.1	12	0	88

表 1

流动相流速：0.4ml/min

进样量：20ul

检测器：脉冲安培检测器，金工作电极，Ag/AgCl

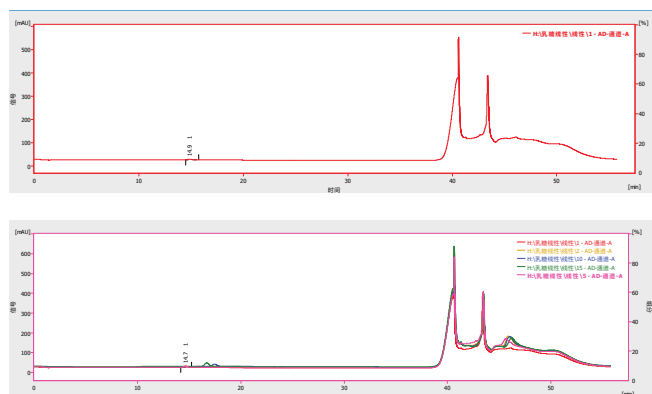
参比电极，检测器时间程序见表 2。

检测器电位波形程序表 2

时间 (s)	电位 (V)	积分
0.00	0.1	—
0.20	0.1	开始
0.40	0.1	结束
0.41	-2.0	—
0.42	-2.0	—
0.43	0.6	—
0.44	-0.1	—

**标准曲线：** 分别量取半乳糖、乳糖和葡萄糖混合标准工作液 0.5ml、1.0ml、2.0ml、5.0ml、10.0ml 置于 100ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，制成系列混合标准工作溶液。按照色谱条件进行测定，以各组分的浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

**对照品谱图：**



线性与  
结果

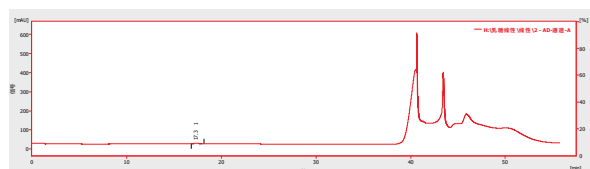
对照品  
溶液依

次进样，以乳糖含量为横坐标，以色谱峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，如表 3 所示

表 3

校正类型	相关系数	斜率
线性回归	0.9991	32.257

样品图谱：



结论：此方法参照国家卫生和计划委员会得 2016 年度第 8 号公告和 GB14880 标准中的关于低聚半乳糖的规定，适用于低聚半乳糖生产企业、婴幼儿奶粉企业等。

## 参考文献

【1】国家卫生和计划委员会 2016 年第 8 号公告

【2】《食品营养强化剂使用标准》  
(GB14880-2012)