

离子色谱-脉冲积分安培法同时测定甘薯中 10 种可溶性糖组分

石彩玲, 田 侠, 孙一鸣, 刘 庆*
(青岛农业大学资源与环境学院 山东青岛 266109)

摘要 为建立离子色谱-脉冲积分安培法(IC-PAD)同时检测提取液中 10 种可溶性糖组分(葡萄糖、果糖、半乳糖、甘露糖、鼠李糖、阿拉伯糖、蔗糖、麦芽糖、棉子糖和水苏糖)的方法,通过 80%乙醇水溶液低温超声振荡对甘薯粉样品进行提取,以 Thermo Dionex Carbo Pac PA20(3 mm×150 mm)阴离子交换色谱柱为分析柱,以 Carbo Pac PA20(3 mm×50 mm)为保护柱,以不同浓度的 NaOH、CH₃COONa 组合淋洗液进行梯度淋洗分离,柱温 30 ℃,进样体积 10 μL,采用离子色谱-脉冲积分安培方法检测。结果表明:6 种单糖线性范围 0.02~10 mg/L,其它 4 种糖线性范围为 0.02~20 mg/L,10 种糖组分加标回收率 94.5%~106.5%,相对标准偏差 0.57%~1.89%。本方法线性范围广、操作简单、分析速度快、灵敏度高,重现性好,可用于对甘薯提取液中多种可溶性糖组分的同时测定。利用本方法对实际样品的测定结果表明,不同干燥方式对甘薯可溶性糖含量的影响不同,与冷冻干燥相比,热风干燥增加了甘薯样品中可溶性糖含量,还促进了其它糖分转化生成棉子糖和水苏糖两种功能性低聚糖。

关键词 离子色谱; 脉冲安培检测器; 可溶性糖组成; 食用型甘薯

文章编号 1009-7848(2023)09-0324-07 **DOI:** 10.16429/j.1009-7848.2023.09.034

甘薯 [*Ipomoea batatas* (L.) Lam.] 含有丰富的淀粉、可溶性糖、维生素和矿物质元素等,是一种兼具营养和保健功能的农产品^[1],可加工成薯片、薯条或经蒸、煮、烤后直接食用。甘薯中可溶性糖的组成及含量是影响其甜度、黏度、薯香味等食味指标的重要因子^[2-3],常作为评价甘薯食味品质和加工性能的重要指标^[4]。由于受测试方法所限,研究者仅对其中的葡萄糖、果糖、蔗糖等含量较高的糖分有较为详细的分析,而对含量相对较低的其它单糖或低聚糖并未关注^[5-6],然而,这些糖组分对甘薯保健功能的发挥同样具有重要作用^[7-8]。

目前可溶性糖含量的测定方法主要有分光光度法、毛细管电泳法、气相色谱法、液相色谱法、离子色谱法等^[9-14]。比色法测定样品的可溶性总糖含量,无法对可溶性糖分的组成进行测定^[15];毛细管电泳法则需要对糖类进行衍生后才能通过紫外吸收进行测定,由于糖类的紫外吸收一般较弱,因此该方法测定的精度没有保证^[16];由于糖类的挥发性差,利用气相色谱法同样需经过衍生后才能实

现色谱分离,操作步骤繁琐且精度不高^[17];液相色谱法虽然不需衍生,但是常规的液相色谱一般选用蒸发光散射检测器或示差折光检测器检测,检出限高,对一些含量偏低的糖组分无法检出^[13];离子色谱可利用其阴离子交换色谱柱对可溶性糖组分进行分离,无需衍生,并且离子色谱法还搭配了脉冲安培检测器进行检测,方法的灵敏度高,可实现对较低含量糖组分的定量检测^[18]。然而,对甘薯来讲,由于其营养成分复杂,加之不同糖组分在提取液中的溶解性差别较大,导致测定过程中干扰较多,影响测试精度。

在总结前人经验及存在问题的基础上,针对甘薯块根中基质组成的特点,本文采用 80%乙醇水溶液超声振荡提取其中可溶性糖组分,通过活化的 RP 柱去除疏水有机物杂质,最后采用离子色谱-脉冲积分安培检测法(IC-PAD)对提取液中 10 种可溶性糖组分进行同时测定。

1 材料与amp;方法

1.1 设备与材料

ICS-5000 离子色谱仪,美国 Thermo Dionex 公司;Carbo Pac PA20 色谱柱和保护柱,美国 Thermo Dionex 公司;RP 前处理柱,美国 Thermo Dionex 公司;Milli-Q 超纯水机,美国 Millipore 公

收稿日期: 2022-09-10

基金项目: 现代农业产业技术体系专项资金项目
(CARS-10-B11)

第一作者: 石彩玲,女,硕士生

通信作者: 刘庆 E-mail: qy7271@163.com

司;电热恒温鼓风干燥箱,天津莱玻特瑞公司;冷冻干燥机,宁波新芝生物科技股份有限公司。

10 种糖(葡萄糖、果糖、蔗糖、麦芽糖、鼠李糖、阿拉伯糖、甘露糖、半乳糖、棉子糖和水苏糖)标准品, Sigma 公司。甘薯样品取自青岛农业大学现代农业高科技示范园(胶州)试验基地。

1.2 标准溶液配制

分别称取 10 种糖标准品各 100 mg 于三角瓶中,加适量水溶解后无损转移至 100.0 mL 容量瓶并定容至刻度,配制成质量浓度为 1 000 mg/L 的单一标准储备液。使用前根据需要用超纯水稀释

配制成不同质量浓度的混合标准液。

1.3 仪器配置与色谱条件

Carbo Pac PA20(3 mm×150 mm)阴离子交换色谱柱和 Carbo Pac PA20(3 mm×50 mm)保护柱, RP 前处理柱。流动相:18.2 MΩ 超纯水、250 mmol/L NaOH、1.0 mol/L CH₃COONa。样品进样体积 10 μL,柱温 30 ℃,ED5000 脉冲安培检测器, AS-AP 自动进样器, Au 工作电极,糖测定标准四电位波形。色谱柱梯度淋洗分离程序如表 1。混合标准液各可溶性糖组分谱图见图 1。

表 1 离子色谱梯度淋洗分离程序

Table 1 Gradient conditions of ion chromatography column

序号	时间/min	流速/mL·min ⁻¹	淋洗液/%		
			H ₂ O	NaOH	CH ₃ COONa
1	0.0	0.40	98	2	0
2	15.0	0.40	98	2	0
3	25.0	0.40	10	90	0
4	30.0	0.40	0	100	0
5	35.0	0.40	40	50	10
6	40.0	0.40	0	100	0
7	50.0	0.40	98	2	0

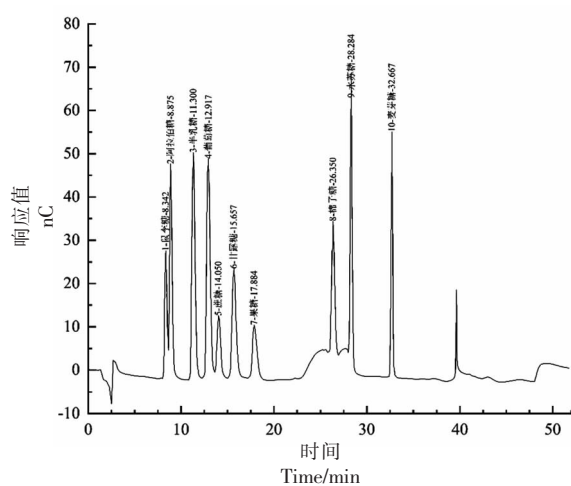


图 1 10 种糖组分混合标准液谱图

Fig.1 Spectrogram of mixed standard solution of 10 soluble sugar constituents

1.4 提取液制备

随机选择形状类似纺锤形、质量为 400 g 左右薯块 5 个,去皮切丝后,分别放入 105 ℃鼓风烘箱

和冷冻干燥机干燥至恒重,磨细过筛后备用。取不同干燥方式的样品各 0.5 g (精确至 0.0001 g),分别置于 50 mL 离心管中,加入 40 mL 80%的乙醇水溶液(乙醇:水=8:2),超声萃取 60 min 后(超声时加自来水循环控制水温不超过 15 ℃),再放入振荡器继续振荡提取 2 h,放置澄清。取上清液 2 mL 于冷冻离心机中 10 000 r/min 冷冻离心 5 min,取 1 mL 上清液用超纯水稀释 100 倍,取一定量的溶液过 0.22 μm 滤膜及已活化的 RP 柱,弃去前约 0.5 mL 样品,收集后续样品上机测定其中葡萄糖、果糖、半乳糖、甘露糖、鼠李糖、阿拉伯糖、蔗糖、麦芽糖、棉子糖和水苏糖等不同组分含量。每个样品做 3 次重复。

1.5 数据分析

用 Excel 2010 进行数据整理和图表绘制。利用 DPS14.0 软件进行统计分析,用 Duncan 法进行平均数间的显著性检验,显著性水平取 $P < 0.05$ 。

2 结果与分析

2.1 样品前处理条件的优化

本试验中采用 80%乙醇水溶液提取样品中的可溶性糖组分, 主要因为甘薯中淀粉含量相对较高, 若单纯用超纯水提取, 容易造成样品中的其它基质成分溶解过多对测定干扰过大^[19]; 同时, 还可以减少提取过程中淀粉的水解。而采用超声+振荡提取则可提高提取效果, 并且在超声过程中控制水温在 15 ℃, 主要是为防止超声过程易使温度升高, 而温度的升高会增加淀粉酶的活性, 加速样品中淀粉分解为可溶性糖^[20], 给试验结果带来误差。为此, 本试验在超声提取过程中, 通过接入循环水以控制水温, 以降低淀粉酶活性, 减少淀粉水解给试验带来的误差。采用超声+振荡方式进行提取, 确保对样品中可溶性糖组分提取更加完全, 增加测定结果的准确性。

2.2 色谱柱选择和淋洗条件优化

2.2.1 色谱柱选择 目前用于小分子可溶性糖分离的阴离子交换色谱柱有: CarboPac MA1、CarboPac PA1、CarboPac PA10 和 CarboPac PA20。根据各色谱柱在分离不同糖组分时的特点, 本试验选择使用 CarboPac PA20 色谱柱对各糖组分进行分离。主要因为 CarboPac PA20 色谱柱延续了 CarboPac 型色谱柱的特点, 采用无孔基球附聚双官能季铵功能基填料, 柱容量较低, 分离速度快, 分离效果好^[21]。而 CarboPac MA1 色谱柱因柱容量偏大, 对溶剂消耗量大, 且各成分保留时间延长, 在对可溶性糖各组分分离时效率低, 而更适合于弱电离的糖醇类化合物的检测^[17]; CarboPac PA1 色谱柱基质粒径较大, 柱效低, 且其在弱碱性条件下工作时, 存在较为明显的溶解氧负峰干扰, 降低了各糖组分检测的灵敏度^[17]; CarboPac PA10 色谱柱虽然克服了 CarboPac PA1 存在的问题, 在不同浓度的 OH⁻ 浓度下均具有较高的灵敏度, 但其柱效仍低于 CarboPac PA20^[17]。

2.2.2 淋洗条件优化 糖类分子具有电学活性, 在 OH⁻ 存在的条件下, 它们会部分或全部以阴离子形式存在, 可以在阴离子交换色谱柱上实现分离^[22]。此时, 淋洗液中的 OH⁻ 有两个作用: 一是作为淋洗离子, OH⁻ 浓度增大, 糖在色谱柱上的保留时间缩短, 二是提供糖解离所需的碱性环境, OH⁻

浓度增大, 糖分子的离子化程度提高, 其在色谱柱上的保留时间延长。因此, 糖分在色谱柱中的保留时间是上述两种作用共同影响的结果^[23]。因此, 本试验在对甘薯中 10 种可溶性糖组分进行分离时, 选用 NaOH 和 NaOAc 组合淋洗液进行梯度淋洗, 在开始的前 30 min 采用逐渐增加 NaOH 溶液浓度、30~35 min 采用氢氧化钠和乙酸钠组合溶液进行梯度洗脱, 不仅可以有效提高各糖组分的分离效果, 同时可以提高响应的灵敏度。

2.3 色谱柱柱温和淋洗液流速

色谱柱温度主要通过影响柱内填料的活性, 影响系统压力从而影响色谱峰的分离效果^[24]。由于多数单糖和低聚糖均为具有极性带电物质, 它们与色谱柱的作用力主要是库仑力^[25], 因此, 温度对其分离效果影响不大。淋洗液流速主要通过改变各成分在分离柱中的保留时间, 从而影响分离效果。流速越低保留时间越长, 流速越高分离度越差^[26]。根据以往经验, 选择色谱柱温 30 ℃, 淋洗液流速 0.4 mL/min, 既保证色谱峰峰形, 又能保证较好的分离效果。

2.4 标准曲线、精密度与检出限

配制了质量浓度为 100 mg/L 的 10 种糖组分的混合标准溶液, 并分别稀释其浓度至 0.02~20 mg/L 的 10 个浓度的标准系列, 利用以上选定的方法对混合标准液进行离子色谱分析, 并利用 10 种糖的峰面积(y)与其相应的浓度(x)之间关系进行线性拟合, 得到 10 种糖分浓度与峰面积之间的线性方程, 其线性相关系数在 0.9904~0.9987 之间。然后, 取 1 mg/L 的混合标准液样品, 利用以上选定的方法重复测定 5 次, 计算出平行样品间的相对标准偏差在 0.57%~1.89% 之间。然后, 根据 3 倍信噪比分别计算出 10 种糖的检出限为 16.73~57.96 μg/L。以上所有测试结果见表 2。从以上试验结果可以看出, 本方法测定结果重现性好、精密度高, 线性范围和检出限均满足样品检测需求。

2.5 回收率与实际样品测定

选择 105 ℃ 下鼓风烘干的甘薯样品提取液, 向待测液样品中添加 2.0 mg/L 的标准溶液, 和待测样品一起利用选定的方法进行测定, 检测甘薯样品中各种可溶性糖组分的含量。并根据原样品中各糖组分浓度、添加浓度和添加后的测定浓度

表 2 标准曲线的线性范围、检出限

Table 2 Linear range, limits of detection for every soluble sugar

组分名称	线性方程	决定系数	线性范围/mg·L ⁻¹	相对标准偏差 RSD/(n=7)	检出限/μg·L ⁻¹
葡萄糖	$y = 0.4235x + 0.2583$	0.9968	0.02~10	1.56	45.91
果糖	$y = 1.3986x + 0.214$	0.9925	0.02~10	1.78	52.35
半乳糖	$y = 0.4665x + 0.0479$	0.9986	0.02~10	0.57	16.73
甘露糖	$y = 0.7768x + 0.076$	0.9966	0.02~10	0.79	25.04
鼠李糖	$y = 1.152x - 0.0713$	0.9987	0.02~10	0.93	27.68
阿拉伯糖	$y = 0.6361x - 0.0152$	0.9983	0.02~10	0.85	25.90
蔗糖	$y = 1.6535x + 0.2114$	0.9904	0.02~20	1.89	57.96
麦芽糖	$y = 0.9118x + 0.2144$	0.9958	0.02~20	1.17	35.87
棉子糖	$y = 0.9094x + 0.3155$	0.9945	0.02~20	0.68	20.45
水苏糖	$y = 0.6632x + 0.1979$	0.9950	0.02~20	0.66	20.97

计算回收率,结果见表 3。从表 3 可以看出,样品中不同糖组分的回收率在 94.5%~106.5%之间。

从实际样品测定结果看,热风干燥处理的各可溶性糖组分及其总量均高于冷冻干燥处理,葡萄糖、果糖和蔗糖在两种干燥方式样品中含量均较高,而热风干燥样品中麦芽糖含量为冷冻干燥

样品中的 12.9 倍,说明热风干燥过程使淀粉酶活性提高从而促进淀粉分解成麦芽糖。另外,在热风干燥样品中还检测出冷冻干燥样品未检出的棉子糖和水苏糖,说明这两种糖分可能并非在甘薯生产中形成,而是样品干燥处理过程中由其它糖分转化而来。

表 3 回收率与样品测试结果

Table 3 Recovery and results of real samples

组分名称	烘干样品质量 浓度/mg·L ⁻¹	加标量/mg·L ⁻¹	加标后质量浓 度/mg·L ⁻¹	回收率/%	烘干样品含量/ mg·g ⁻¹	冻干样品含量/ mg·g ⁻¹
葡萄糖	13.17	2.0	15.25	103.8	52.70	45.72
果糖	14.91	2.0	16.87	98.2	59.64	42.32
半乳糖	0.1013	0.2	0.3143	106.5	0.4055	0.2715
甘露糖	0.0893	0.2	0.2825	96.6	0.3572	0.2397
鼠李糖	0.0324	0.2	0.2213	94.5	0.1296	0.0672
阿拉伯糖	0.0326	0.2	0.2387	103.1	0.1303	0.0701
蔗糖	15.51	2.0	17.64	106.5	62.02	60.63
麦芽糖	6.757	2.0	8.712	97.8	27.03	2.03
棉子糖	0.0838	0.2	0.2884	102.3	0.3351	未检出
水苏糖	0.1566	0.2	0.3619	102.7	0.6263	未检出

3 结论

本研究建立了低温超声振荡提取、离子色谱-脉冲积分安培检测(IC-PAD)同时测定甘薯中 10 种可溶性糖组分的方法。结果表明,样品经 80%的乙醇水溶液低温超声振荡提取,不仅提高了提取效率,还降低了杂质溶出率。再经滤膜过滤和 RP 柱净化,极大的减少了色谱分离时的杂质干扰。通

过调节淋洗液组合浓度、柱温和淋洗液流速,使不同糖组分实现良好分离,且可保证在 35 min 内完成 10 种糖的分离测定。经对标准曲线系列样品的多次重复测定和加标回收率计算,6 种单糖线性范围为 0.02~10 mg/L,其它 4 种糖线性范围为 0.02~20 mg/L。10 种糖组分加标回收率 94.5%~106.5%,相对标准偏差 0.57%~1.89%。本方法线性

范围广、操作简单、分析速度快、灵敏度高、重现性好,可用于对甘薯提取液中多种可溶性糖组分的同时测定。

样品测定结果表明,热风干燥处理可使甘薯样品可溶性糖含量增加,尤其是麦芽糖增加最为明显。另外,热风干燥还可以促进棉子糖和水苏糖的生成,由于这两种功能性低聚糖在冷冻干燥样品中并未检出,因此推断其并非在甘薯生长过程中合成,而是在热风干燥过程中由其它糖分转化而来。

参 考 文 献

- [1] 王欣,李强,曹清河,等.中国甘薯产业和种业发展现状与未来展望[J].中国农业科学,2021,54(3):483-492.
WANG X, LI Q, CAO Q H, et al. Current status and future prospective of sweetpotato production and seed industry in China[J]. Scientia Agricultura Sinica, 2021, 54(3): 483-492.
- [2] NABUBUYA A, NAMUTEBI A, B YARUHANGA YB, et al. Influence of development, postharvest handling, and storage conditions on the carbohydrate components of sweetpotato (*Ipomea batatas* Lam.) roots[J]. Food Science & Nutrition, 2017, 5(6): 1088-1097.
- [3] ANDO T, YASUDA M, HISAKA H. Effect of storage period on free sugar and starch contents of six sweet potato varieties with different taste on baking, and quantification of sweetness and texture[J]. Horticultural Research (Japan), 2018, 17(4): 449-457.
- [4] 吴列洪,沈升法,李兵.甘薯甜度与薯块蒸煮前后糖分的相关性研究[J].中国粮油学报,2012,27(9):25-28.
WU L H, SHEN S F, LI B. Study on the correlation between sweetness and sugar of sweet potato before and after steaming[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2012, 27(9): 25-28.
- [5] 沈升法,项超,吴列洪,等.甘薯块根可溶性糖组分特征及其与食味的关联分析[J].中国农业科学,2021,54(1):34-45.
SHEN S F, XIANG C, WU L H, et al. Analysis on the characteristics of soluble sugar components in sweetpotato storage root and its relationship with taste[J]. Scientia Agricultura Sinica, 2021, 54(1): 34-45.
- [6] WEI S, LU G, CAO H, et al. Effects of cooking methods on starch and sugar composition of sweetpotato storage roots[J]. Plos One, 2017, 12(8): e0182604.
- [7] DINCER C, KARAOGLAN M, ERDEN F, et al. Effects of baking and boiling on the nutritional and antioxidant properties of sweet potato [*Ipomea batatas* (L.) Lam.] cultivars[J]. Plant Foods for Human Nutrition, 2011, 66(4): 341-347.
- [8] 刘孝沾,卞科.甘薯与大豆胀气特点比较[J].粮食与饲料工业,2012,8:33-36.
LIU X Z, BIAN K. Flatulence comparison of sweet potato and soybean[J]. Cereal & Feed Industry, 2012, 8: 33-36.
- [9] 张述伟,宗营杰,方春燕,等.蒽酮比色法快速测定大麦叶片中可溶性糖含量的优化[J].食品研究与开发,2020,41(7):24-25.
ZHANG S W, ZONG Y J, FANG C Y, et al. Optimization of anthrone colorimetric method for rapid determination of soluble sugar in barley leaves[J]. Food Research and Development, 2020, 41(7): 24-25.
- [10] 王芝彪,章银军,龚玉雷,等.毛细管电泳法测定绿茶酶解液中的还原糖成分[J].食品与发酵工业,2014,40(6):165-170.
WANG Z B, ZHANG Y J, GONG Y L, et al. Determination of reducing carbohydrates in enzyme extracts of green tea by capillary zone electrophoresis[J]. Food and Fermentation Industries, 2014, 40(6): 165-170.
- [11] 张威,何红波,张明,等.糖腈乙酰酯衍生气相色谱法测定土壤水解性单糖[J].土壤通报,2003,33(4):913-916.
ZHANG W, HE H B, ZHANG M, et al. Analysis of soil hydrolyzed monosaccharides by gas chromatography as aaldonitrile acetates derivatives[J]. Chinese Journal of Soil Science, 2003, 33(4): 913-916.
- [12] 丁洪流,李灿,金萍,等.高效液相色谱-蒸发光散射法测定食品中的单糖、双糖、低聚果糖和糖醇[J].色谱,2013,31(8):804-808.
DING H L, LI C, JIN P, et al. Simultaneous determination of monosaccharides, disaccharides, oligosaccharides and chromatography with evaporative

- light scattering detection[J]. Chinese Journal of Chromatography, 2013, 31(8): 804-808.
- [13] RFELLI G, SARTINI E. Characterisation of brewpub beer carbohydrates using high performance anion exchange chromatography coupled with pulsed amperometric detection[J]. Food Chemistry, 2014, 142(1): 152-158.
- [14] 马甲民, 崔鹤. 离子色谱法-积分安培检测器测定葡萄酒中的天然糖[J]. 食品科学, 2015, 36(12): 139-142.
- MA J M, CUI H. Ion chromatography-integral ampere detector for the determination of natural sugars in wine[J]. Food Science, 2015, 36(12): 139-142.
- [15] 朱伟, 宁啸骏, 杜茹芸. 高效离子色谱法检测婴幼儿配方奶粉中的功能性低聚糖[J]. 食品科学, 2017, 38(24): 224-228.
- ZHU W, NING X J, DU R Y. Determination of functional oligosaccharides in infant formula milk powder by high performance ion chromatography[J]. Food Science, 2017, 38(24): 224-228.
- [16] 李仁勇, 梁立娜, 牟世芬, 等. 离子色谱-脉冲安培检测白醋和豆腐水中单糖和大豆低聚糖[J]. 分析化学, 2009, 37(5): 725-728.
- LI R Y, LIAN L N, MU S F, et al. Determination of monosaccharides and soybean oligosaccharides in white vinegar and tofu water by ion chromatography and pulsed amperometric detection[J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2009, 37(5): 725-728.
- [17] 于丽, 刘瑜, 周健南, 等. 超声提取-离子色谱-脉冲积分安培检测法检测黑果腺肋花楸果中的8种单糖和双糖[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(17): 6104-6109.
- YU L, LIU Y, ZHOU J N, et al. Determination of 8 kinds of monosaccharides and disaccharides in Aornial mealnocarpa fruit by ultrasonic extraction-ion chromatography-pulse integral ampere detection[J]. Journal of Food Safety and Quality, 2020, 11(17): 6104-6109.
- [18] 叶梅, 吴文林, 郭靓, 等. 离子色谱-脉冲安培检测法快速测定配制酒中的氰化物[J]. 食品科学, 2016, 37(8): 192-194.
- YE M, WU W L, GUO L, et al. Rapid determination of cyanide in mixed wines by ion chromatography with pulsed amperometric detection[J]. Food Science, 2016, 37(8): 192-194.
- [19] AUNG L H, FOUSE D C, HARRIS C M. Effect of postharvest desiccation at high temperature on soluble sugar changes of two super sweet corn cultivars[J]. The Journal of Horticultural Science & Biotechnology, 2015, 67(6): 745-750.
- [20] 宋俏姮, 孔亮亮, 刘俊峰, 等. 浸渍提取温度对鲜食玉米可溶性糖含量的影响[J]. 食品工业, 2018, 39(7): 116-119.
- SONG Q H, KONG L L, LIU J F, et al. Effect of impregnation temperature on soluble sugar content of fresh corn[J]. Food Industry, 2018, 39(7): 116-119.
- [21] 李静, 李仁勇, 梁立娜. 毛细管型离子色谱-脉冲安培法检测枸杞多糖的单糖组成[J]. 分析化学, 2012, 40(9): 1415-1420.
- LI J, LI R Y, LIANG L N. Determination of monosaccharide constituents in Lyceum barbarum polysaccharide using capillary ion chromatography with pulsed amperometric detection[J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2012, 40(9): 1415-1420.
- [22] 赵丹霞, 王力清, 黄秋研. 离子色谱-脉冲安培法测定婴幼儿配方乳粉中葡萄糖等质量浓度[J]. 中国乳品工业, 2014, 42(11): 44-46.
- ZHAO D X, WANG L Q, HUANG Q Y. Determination of glucose in infant formula milk powder by ion chromatography-pulsed amperometry[J]. China Dairy Industry, 2014, 42(11): 44-46.
- [23] 牟世芬, 刘克纳, 丁晓静. 离子色谱方法及应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 76-80.
- MU S F, LIU K N, DING X J. Method and application of ion chromatography[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2005: 76-80.
- [24] 傅若农. 色谱分析概论[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 82-83.
- FU R N. Introduction to chromatographic analysis[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2005: 82-83.
- [25] 魏远安, 郑惠玲, 吴少辉, 等. 高效离子色谱法分离、检测低聚果糖[J]. 食品科学, 2018, 36(14): 151-155.
- WEI Y A, ZHENG H L, WU S H, et al. Separation and determination of fructooligosaccharides by high performance ion chromatography[J]. Food Science, 2018, 36(14): 151-155.
- [26] 宋卫得, 苏征, 惠希东, 等. 离子色谱-积分脉冲安培检测法同时测定酱油中20种氨基酸和6种糖[J].

色谱, 2019, 37(9): 996-1003.
SONG W D, SU Z, HUI X D, et al. Simultaneous determination of twenty amino acids and six carbo-

hydrates in soy sauce by ion chromatography with integrated pulsed amperometric detection[J]. Chinese Journal of Chromatography, 2019, 37(9): 996-1003.

Determination of Ten Kinds of Soluble Sugars in Sweetpotato by Ion Chromatography and Pulsed Amperometric Detector

Shi Cailing, Tian Xia, Sun Yiming, Liu Qing*

(College of Resources and Environmental Sciences, Qingdao Agricultural University, Qingdao 266109, Shandong)

Abstract A method for the determination of soluble sugars in sweetpotato by ion chromatography and pulsed amperometric detector (IC-PAD) was established, and it can detect 10 kinds of soluble sugars (glucose, fructose, galactose, mannose, rhamnose, arabinose, sucrose, maltose, raffinose and stachyose) in sweetpotato at the same time. The sweetpotato powder samples were extracted by low temperature ultrasonic oscillation with 80% ethanol aqueous solution and membrane filtration. The analytical column was Carbo Pac PA20 Analytical Column (3 mm×150 mm), the column CarboPac PA20 Guard Column (3 mm×50 mm) was used as the protective column. The mobile phase was NaOH and CH₃COONa, gradient elution procedure was used for separation and pulse integral amperometric for detection. The exchange column kept at 30 °C, the injection volume 10 μL, the eluates were detected with an Au working electrode. The linear range of six monosaccharides was 0.02-10 mg/L, the linear range of the other four sugars was 0.02-20 mg/L. The recoveries of these ten sugars from spiked samples was 94.5%-106.5%, relative standard deviation was 0.57%-1.89%. This method has the advantages of wide linear range, simple operation, fast analysis speed, high sensitivity and reproducibility. It can be used for the simultaneous determination of various soluble sugars in sweet potato extract. The determination results of actual samples by this method show that different drying methods have different effects on the soluble sugar content of sweet potato, compared with the freeze drying method, the hot air drying increases the soluble sugar content in sweetpotato and promotes the transformation of other sugars to produce raffinose and stachyose.

Keywords ion chromatography (IC); pulsed amperometric detector (PAD); soluble sugar constituents; edible sweetpotato