

离子色谱法测定大气颗粒物中糖和糖醇

彭绪玲, 李仁勇

赛默飞世尔科技(中国)有限公司

关键词

离子色谱法; 脉冲安培检测; MA1 色谱柱; 糖类; 糖醇;
大气颗粒物

目的

建立离子色谱脉冲安培检测法测定大气颗粒物中丙三醇、赤鲜醇、木糖醇、左旋葡聚糖、山梨醇、海藻糖、半乳聚糖、甘露聚糖、甘露醇、葡萄糖的方法,

引言

糖类物质广泛存在于自然界中, 也是大气颗粒物的重要组成部分。农作物残体、城市落叶、垃圾以及森林大火等这些生物质的燃烧是大气颗粒物中糖类物质的重要来源, 此外, 土壤再悬浮、植被等也会向空气中释放糖类物质。对大气颗粒物中糖类物质进行监测可以有效帮助识别大气颗粒污染物的成因和来源。

大气颗粒物中糖类物质的含量一般较低, 当选用传统的 HPLC 法或 GC 法进行测定时, 灵敏度达不到要求或者需要生化等繁琐的前处理, 因此, 本实验建立高效阴离子交换色谱 - 脉冲安培检测法测定大气颗粒物中糖和糖醇, 该方法具有操作简单、分离度好及灵敏度高优势。

仪器

离子色谱仪 (Thermo Scientific™ ICS-5000+ 高压离子色谱), 配置:

—梯度泵

—柱温控制箱

—高压六通进样阀

—安培检测器

AS-AP 自动进样器 (Thermo Scientific™)

Chromeleon Chromatography Data System 7.2



耗材

OnGuard II RP 1.0-cc (Thermo Scientific™, P/N 057083)

Thermo Scientific™ Target2™ Nylon Syringe Filters
(0.45 μm, 30 mm, P/N F2500-1)

一次性使用无菌注射器, 5 mL (上海双鸽实业有限公司)

试剂和标准品

去离子水, 18.2 MΩ-cm (Thermo Scientific GenPure Pro UV-TOC, P/N 50131948)

醋酸钠 (ThermoFisher Scientific, P/N 059326)

氢氧化钠溶液 (50% (w/w) 水溶液, Alfa Aesar)

丙三醇、赤鲜醇、木糖醇、左旋葡聚糖、山梨醇、海藻糖、半乳聚糖、甘露聚糖、甘露醇、葡萄糖 (Sigma)

标准溶液的制备

标准储备溶液

取 10 种糖和糖醇的标准品适量，精密称定，用水溶解并稀释至浓度为 10 mg/L 的混合标准储备液，备用。

保存于 4 °C 冰箱冷藏室中。待测时，取适量标准储备液使用叠氮化钠 (2 mg/L) 溶解稀释至 50、100、300、500、800、1000、2000 ng/mL。标准储备稳定期 1 个月，标准使用液需现用现配。

标准系列溶液

精密吸取混合标准储备溶液 10 mL，置 100 mL 量瓶中，加水稀释至刻度，作为混合标准中间溶液。分别精密吸取混合标准中间溶液 (1 mg/L) 0.2、0.5、1.0、3.0、5.0、8.0、10.0 mL 置 7 个 10 mL 的量瓶中，加水稀释并定容至刻度，摇匀，得到浓度分别为 20、50、100、300、500、800、1000 µg/L 混合标准系列溶液。

样品前处理

将采集了大气颗粒物的滤膜样品，置锥形瓶中，加水 10 mL，超声提取 60 min，取提取液过 0.45 µm 滤膜后，过预处理好的 OnGuard RP 柱 (1.0 cc)，弃去前 3 mL，取后续流出液过 0.22 µm 滤膜后，待测。

实验条件

分析柱：ThermoFisher Scientific CarboPac MA1 (250 × 4 mm) (P/N 044066)

保护柱：ThermoFisher Scientific CarboPac MA1 Guard (50 × 4 mm) (P/N 044067)

淋洗液：NaOH 梯度淋洗，梯度洗脱程序见表 1

表 1. 梯度洗脱程序

时间 (min)	NaOH 浓度 (mmol/L)
0	200
30	200
70	500
70.1	200
85	200

流速：0.4 mL/min

进样体积：50 µL

柱温：30 °C

检测方式：脉冲安培检测，Au 电极 (P/N 061875)，Ag/AgCl 参比电极 (P/N 061879)，标准糖四电位

检测器温度：30 °C

运行时间：85 min

结果与讨论

色谱条件的优化

尝试使用 CarboPac PA20 色谱柱，发现其对单糖分离效果好，但对脱水糖和糖醇保留弱，不能实现完全分离；由于分析的目标物包括单糖、脱水糖和糖醇，因此为了兼顾各个组分的保留情况，最后选择柱容量高的 CarboPac MA1 色谱柱。通过改变氢氧化钠溶液的浓度实行梯度洗脱，最终实现各组分的良好分离。标准品的色谱图如图 1 所示。

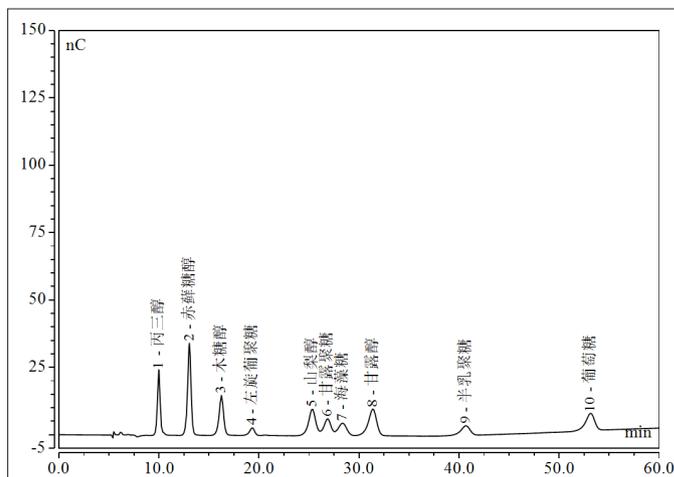


图 1. 标准溶液色谱图 (500 µg/L)

方法的重现性、线性范围和检出限

将 500 µg/L 的标准溶液连续进样 5 针，十种组分峰面积的 RSD 均小于 1.5%，表明精密度良好。将上述标准系列溶液分别进样分析后，以峰面积为纵坐标，以浓度为横坐标建立标准曲线，其线性范围、回归方程、相关系数和检出限均见表 2。

表 2. 标准曲线的线性方程、线性范围和检出限

分析物	标准拟合方程	线性范围 (µg/L)	相关系数 (r ²)	检出限 (µg/L)
丙三醇	y=0.0150x + 0.0938	20-1000	0.9998	2.0
赤藓糖醇	y=0.0286x + 0.0348	20-1000	0.9999	2.0
木糖醇	y=0.0161x - 0.0351	20-1000	0.9999	4.0
左旋葡聚糖	y=0.0034x - 0.0263	20-1000	0.9997	20
山梨醇	y=0.0174x - 0.1499	20-1000	0.9997	6.7
甘露聚糖	y=0.0110x - 0.0405	20-1000	0.9998	20
海藻糖	y=0.0099x - 0.0408	20-1000	0.9999	20
甘露醇	y=0.0204x - 0.0782	20-1000	0.9999	5.0
半乳聚糖	y=0.0083x - 0.0651	20-1000	0.9996	20
葡萄糖	y=0.0141x - 0.1120	20-1000	0.9999	10

实际样品分析

取采集的大气颗粒物滤膜样品，按样品前处理方法处理和上述色谱条件进样分析，其测定结果见表3，实际样品色谱图见图2。

表3. 样品测定结果

分析物	Y1 含量 (µg/L)	Y2 含量 (µg/L)
丙三醇	107.2	286.5
赤藓糖醇	ND	15.4
木糖醇	7.9	ND
左旋葡聚糖	243.7	2100.1
山梨醇	ND	ND
甘露聚糖	23.5	176.6
海藻糖	ND	ND
甘露醇	ND	33.8
半乳聚糖	ND	124.5
葡萄糖	ND	ND

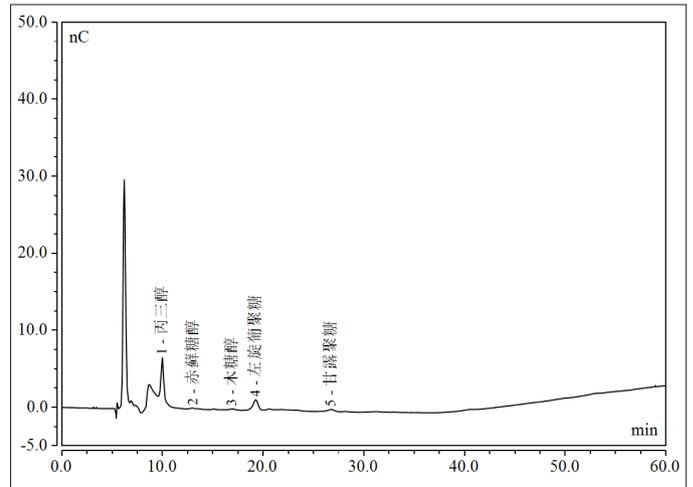


图2. 实际样品分析色谱图

结论

离子色谱脉冲安培法检测辅料乳糖中半乳糖、葡萄糖、蔗糖和果糖杂质，方法灵敏度高，准确度好，可用于控制辅料乳糖中这些杂质糖的含量。



赛默飞色谱及
痕量元素分析

赛默飞世尔科技(中国)有限公司

www.thermofisher.com

全国服务热线: 800 810 5118
400 650 5118 (支持手机用户)

thermo
scientific

A Thermo Fisher Scientific Brand