

## 研究简报

## 饲料添加剂中乳酸和柠檬酸的毛细管气相色谱法测定

黄建立

(福建省粮油质量监测所, 福州 350002)

**摘要:** 建立了同时测定动物饲料添加剂中乳酸、柠檬酸的毛细管气相色谱分析方法。样品添加内标酒石酸后, 用 N,O-双(三甲基硅烷)乙酰胺(BSA)硅烷化, 经 SE-30 毛细管柱色谱分离, 氢火焰离子化检测器检测并对实际样品进行分析。乳酸和柠檬酸的回收率分别为 97.5%、97.3%。

**关键词:** 饲料添加剂; 乳酸; 柠檬酸; 毛细管气相色谱

### Determination of Lactic Acid and Citric Acid in Feedstuff Additives by Capillary Gas Chromatography

Huang Jianli

(Institute of Grain and Oil Quality Supervision and Test of Fujian, Fuzhou 350002, China)

**Abstract:** A method for the determination of lactic acid and citric acid in feedstuff additives by capillary gas chromatography was established. The above organic acids in feedstuff additives were derivatized as silylating reagent using bis-(trimethylsilyl) acetamide-pyridine solution. The siliconized derivatives were injected into a gas chromatograph with a SE-30 fused silica capillary column with tartaric acid as internal standard. The recovery was 97.5% and 97.3% respectively. The method has been applied to the determination of actual sample.

**Keywords:** feedstuff additives; lactic acid; citric acid; Capillary gas chromatography

## 1 前言

近年来,酸制剂在饲料中,尤其是幼畜饲料中的使用越来越多,其中最为常用的是乳酸和柠檬酸。它们不仅能增加饲料口味,提高采食量,而且还可降低胃中 PH 值,激活消化酶,促进消化道中有益菌的生长,抑制病原菌,从而提高饲料转化率<sup>[1]</sup>。至今,饲料用酸制剂分析大多应用化学比色法分别测定,步骤繁琐,误差大,很难满足常规的测定要求。酸制剂的气相色谱测定已有报导<sup>[2,3]</sup>,但对饲料添加剂中的乳酸、柠檬酸的气相色谱同时测定方法未见报导。本文在大量实验基础上,建立了饲料

添加剂中以上二种酸制剂的衍生化—毛细管气相色谱同时测定方法。该法以酒石酸作为内标物,在吡啶溶剂中用 BSA 为硅烷化试剂衍生样品,分离效果好,分析精度高,操作简便,可广泛应用于实际样品测定。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器和试剂

仪器: GC-9A 气相色谱仪(FD), C-R3A 色谱数据处理机,电热恒温真空干燥箱(上海医疗器械七厂)

收稿日期: 2005-3-1

作者简介: 黄建立(1968-),男,高级工程师,从事分析化学检测。电话: 0591-83711827

试剂:内标酒石酸 (AR),乳酸 (CP),柠檬酸 (AR), N,O-双(三甲基硅烷基)乙酰胺 (BSA)为色谱用扫尾剂(上海试剂一厂,97%以上),吡啶 (AR)。

## 2.2 实验方法

2.2.1 色谱条件 色谱柱:石英毛细管色谱柱 SE-30 (30M  $\times$  0.25mm);柱温:180 ;汽化室及检测器 (FD)温度:220 ;载气:高纯氮,流速 80ml/min,分流比 30:1。

2.2.2 标准溶液及样品制备 (1).混合标准溶液:分别称取乳酸 0.10g,柠檬酸 0.10g,用去离子水溶解并定容至 50ml。(2).样品制备:称取样品约 0.50g,用去离子水溶解并定容至 50ml。(在溶解不完全时,应在超声波发生器中超声溶解。)(3).内标溶液:称取内标酒石酸 0.1208g,用去离子水溶解并定容至 50ml。

2.2.3 样品的衍生化 分别吸“2.2.2”(1)、(2)液 0.3ml于 2ml样品瓶中,各自添加(3)液 0.1ml,将样品瓶放置电热恒温真空干燥箱中(温度低于 70 ),蒸发水分,待恰好干燥时取出,加入 0.1ml无水吡啶和 0.1mlBSA溶液,加盖密封,80 反应 5min后,即可进行气相色谱分析。

## 3 结果和讨论

### 3.1 色谱分离情况

在上述色谱条件下,经 SE-30毛细管柱可清楚地分离出乳酸、柠檬酸及酒石酸,标准溶液及特征样品的气相色谱分离情况见图 1。通过标样叠加法定性,确定峰 1为乳酸,  $k_r = 5.465'$ ,峰 2为酒石酸,  $k_r = 13.910'$ ,峰 3为柠檬酸,  $k_r = 29.012'$ 。

表 2 方法精密度 (n=5)

化合物	测定值 X (mg)					平均值 X(mg)	SD (mg)	相对标准偏差 RSD (%)
	1	2	3	4	5			
乳酸	0.2932	0.2950	0.2953	0.3038	0.3025	0.2980	0.0042	1.4
柠檬酸	0.4229	0.4395	0.4273	0.4308	0.4274	0.4296	0.0045	1.0

### 3.4 样品测定结果

测定了某一厂家不同批次的样品,结果见表 3。

### 3.5 讨论

#### 1 色谱柱的选择

本研究曾尝试采用 OV-17,FFAP,PEG-20M,等多种固定液涂渍在 Chromosorbw载体上作上述二

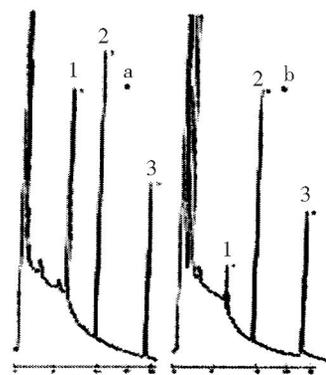


图 1 标准品 (a)和样品气相色谱图 (b)

1.乳酸; 2.酒石酸; 3.柠檬酸

### 3.2 校正因子的测定

采用内标定量法,取上述乳酸、柠檬酸混合标准液添加内标酒石酸,经硅烷化处理后,测其相对质量校正因子 f,所得结果见表 1。

表 1 质量校正因子 (f)的测定 (n=5)

序号 No	化合物 校正因子	
	乳酸	柠檬酸
1	10.8627	1.5880
2	10.7468	1.6245
3	10.6705	1.6075
4	10.1969	1.5978
5	10.4237	1.6544
平均值 mean	10.5801	1.6144
标准偏差 SD	0.2159	0.0280
相对标准偏差 RSD (%)	2.0	1.7

### 3.3 方法精密度和回收率

方法的精密度见表 2。将乳酸、柠檬酸混合标准液及内标酒石酸加到已溶解的样品中,按实验方法“2.2.3 处理后测定方法回收率,结果为乳酸 97.5%、柠檬酸 97.3%。

表 3 样品测定结果 (% , n=4)

批次	乳酸	柠檬酸
1	6.0	22.0
2	9.6	22.0
3	5.1	7.9
4	11.3	20.9
5	14.2	10.7

种酸制剂的填充柱气相色谱分离,其分离效果均不理想,甚至难以分离,最后选用石英毛细管柱 SE-30 才能达到最佳分离效果。

## 2 衍生化反应条件选择

本文尝试在 80、100、125 反应 5~10min,考查不同温度及反应时间对上述二种酸制剂的反应效果。实验结果表明,上述反应条件下以前述的衍生化试剂 BSA,溶剂吡啶用量均能生成稳定产率的三甲基硅烷衍生物,因此本实验拟采用 80 衍生反应 5min 后即进样分析。

## 3 样品稳定性考查

在室温大约 20 左右,样品衍生后至多在二日内必须测定。

## 4 其它酸制剂测定

近年来酸制剂应用正逐步扩大,以后可在本工作的基础上进一步推广到其它酸制剂的测定,这部分工作正摸索之中,实际应用前景广阔。

## 参考文献:

- [1] 李勇、万熙卿. 饲料添加剂使用与鉴别技术 [M]. 北京: 中国农业大学出版社, 1998: 10, 86~87.
- [2] 宁正祥. 食品成分分析手册 [M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1998: 185-188, 190-192.
- [3] 中国食品添加剂生产应用工业协会编. 食品添加剂应用手册 [M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1999: 4-14.

## 《福建分析测试》投稿要求

1. 投稿规格要求统一用 word 编辑、用 A4 规格打印文稿。同时寄送稿件的电子文档,主题注明:“投稿”,文档内容用 word 格式编写,另附上 jpg/tif 格式的图片。文档名称:文章名\_\_\_\_作者名 如:大豆中氨基酸的液相色谱法测定\_\_\_\_林榕. doc

2. 作者不止一位时,请确定一位联系人(姓名右上角加 \*号),注明通讯地址,邮编,单位名称,电话及 E-mail 地址。

3. 第一作者的简介包括:姓名、出生年、性别、职称、职务、从事工作的领域。

4. 论文需提供英文摘要、关键词、题目、作者姓名及单位。

5. 文章有基金资助项目的请注明。

6. 稿件编写、参考文献格式等规范见《福建分析测试》投稿规范 (<http://freel.e-168.cn/fitt>)

7. 本刊不发表涉及保密的稿件,凡来稿需附单位保密审查介绍信;来稿勿一稿两投,请自留底稿。编辑部收稿后 10 天内发出收稿通知,通知作者稿件编号;无特殊情况,3 个月内函告稿件审查意见。

8. 稿件录用后,本刊按规定根据不同的篇幅收取版面费。录用稿件一般在收稿后 1~2 期内刊出,并付稿酬,赠送第一作者该文刊载册 2 册。

9. 本刊加入全国数字化期刊群,刊载内容进入因特网信息服务。凡有不同意见者,请另投他刊或作特别声明。本刊所付稿酬包含刊物内容上网服务报酬,不再另付。

投稿地址:福建省福州市北环中路 61 号 (350003) 《福建分析测试》编辑部

E-mail: fjfxcs@sina.com fjtot@163.com