



中华人民共和国国家标准

GB/T 23877—2009

饲料酸化剂中柠檬酸、富马酸和 乳酸的测定 高效液相色谱法

Determination of citric acid, fumaric acid and lactic acid in feed acidifier—
High performance liquid chromatography

2009-05-26 发布

2009-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布



前 言

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准起草单位:上海市饲料质量监督检验站、上海市农业科学院农产品质量标准与检测技术研究所。

本标准主要起草人:赵志辉、黄志英、顾赛红、杨海锋、林森、白冰、雷萍、凤懋熙。

饲料酸化剂中柠檬酸、富马酸和 乳酸的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了测定饲料酸化剂中柠檬酸、富马酸和乳酸含量的高效液相色谱法。
本标准适用于饲料酸化剂中柠檬酸、富马酸和乳酸含量的测定。
本方法的定量限为：柠檬酸 800 mg/kg、富马酸 8.0 mg/kg、乳酸 800 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准。然而，鼓励根据本标准达成协议的各方就任何此类文件的最新修订版进行协商。凡是注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 301 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 21603 饲料 术语

术语

饲料中的柠檬酸、富马酸和乳酸加水超声提取后，稀释至合适的浓度，用高效液相色谱法测定。

4.1.1 富马酸标准品：纯度≥99.5%。

4 试剂和材料

除非另有注明，本方法所用试剂均为分析纯，水为符合GB/T 6682规定的一级纯水。

4.1 乙腈：色谱纯。

4.2 磷酸：色谱纯。

4.3 0.1%磷酸溶液：准确吸取1.00 mL磷酸（4.2），用符合GB/T 6682规定的一级纯水溶解并定容至1.000 mL。

4.4 柠檬酸标准品：纯度≥99.5%。

4.5 富马酸标准品：纯度≥99.5%。

4.6 柠檬酸标准储备液：准确称取柠檬酸标准品0.1000 g置于10.0 mL容量瓶中，加水溶解并定容至刻度。此溶液浓度为10.0 mg/mL，4℃条件下储藏。

4.7 富马酸标准储备液：准确称取0.1000 g富马酸标准品置于10.0 mL容量瓶中，加水溶解并定容至刻度。此溶液浓度为10.0 mg/mL，4℃条件下储藏。

4.8 乳酸标准储备液：制备和标定方法见附录A。

4.9 混合标准储备液：取10.0 mL柠檬酸标准储备液（4.6）、10.0 mL富马酸标准储备液（4.7）和10.0 mL乳酸标准储备液（4.8）置于10.0 mL容量瓶中，加水溶解并定容至刻度。

4.10 混合标准工作液：准确吸取0.10 mL（0.25 μg）

4.11 10.0 mL混合标准储备液（4.9）于10.0 mL容量瓶中，

5 仪器和设备

- 5.1 实验室常用仪器设备。
- 5.2 分析天平:感量为 0.000 1 g。
- 5.3 超声波清洗器。
- 5.4 微孔滤膜:孔径 0.45 μm。
- 5.5 高效液相色谱仪(配有紫外检测器或二极管阵列检测器)。

6 试样的制备

按 GB/T 14699.1 规定,取有代表性的样品 1 kg,四分法缩减取 200 g,装入磨口瓶中备用。

7 分析步骤

7.1 试样溶液制备

称取试样 1 g~5 g(精确至 0.000 1 g),置于 100 mL 容量瓶中,加 60 mL 水,在 50 °C 水浴中超声提取 20 min,冷却至室温,用水定容至刻度,摇匀,过滤。取滤液稀释,使最后稀释液中各种有机酸的浓度均落在 4.10 的工作曲线之内。取部分稀释液过 0.45 μm 滤膜,滤液作为试样溶液。

7.2 高效液相色谱条件

色谱柱:C₁₈柱,长 250 mm,内径 4.6 mm,粒度 5 μm(极性色谱柱)。

柱温:35 °C。

流动相:乙腈+磷酸溶液(4.3)=2.5+97.5(体积比)。

流速:1.0 mL/min。

检测波长:210 nm。

进样量:20 μL。

7.3 液相色谱测定

分别取混合标准工作液(4.10)和试样溶液(7.1),按 7.2 列出的条件进行液相色谱分析测定。以混合标准工作液作多点校准,并用色谱峰面积积分值定量。测定中应调整试样溶液的浓度,使柠檬酸、富马酸和乳酸的积分值分别落在标准曲线的相应范围内。

8 结果计算与表述

试样中柠檬酸、富马酸和乳酸的含量 X,以质量分数表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V \times n}{m \times 1\,000\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c——由标准曲线得出的试样液中柠檬酸或富马酸或乳酸的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V——试样液总体积,单位为毫升(mL);

n——稀释倍数;

m——试样的质量,单位为克(g)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留 3 位有效数字。

9 重复性

在重复性条件下,完成两个平行测定的结果的相对偏差不大于 5%。

附录 A
(规范性附录)
乳酸标准储备溶液的制备和标定

A.1 试剂和材料

A.1.1 乳酸:纯度约为90%。

A.1.2 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液:按 GB/T 601 配制和标定。

附录 B

(资料性附录)

柠檬酸、富马酸和乳酸标准品的色谱图

柠檬酸、富马酸和乳酸标准品的色谱图见图 B.1。

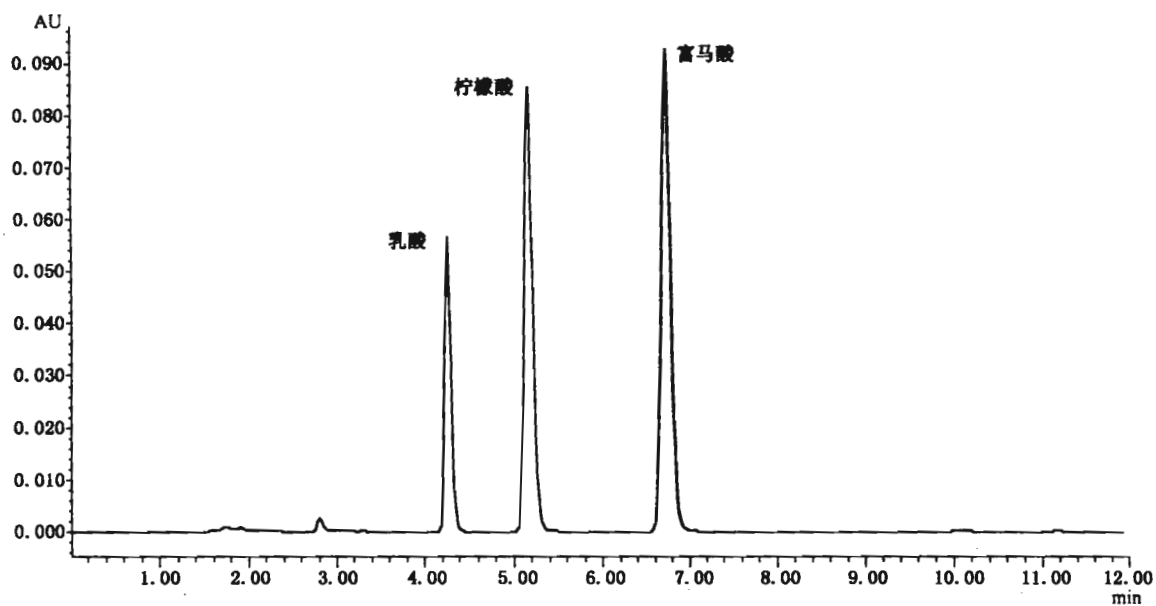
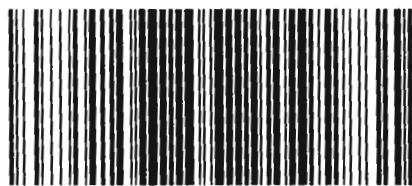


图 B.1 标准溶液色谱图



GB/T 23877-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-38465

定价: 14.00 元