

ICS 65.120

CCS B 46

团体标准

T/SDFA 011—2023

混合型饲料添加剂中乳酸的测定 高效液相色谱法

2023-05-18 发布

2023-06-01 实施

山东省饲料行业协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由山东省饲料行业协会提出并归口。

本文件起草单位：山东省畜产品质量安全中心、潍坊加易加生物科技有限公司、临沂布恩生物科技有限公司、山东康益健生物科技有限公司。

本文件主要起草人：冯鑫磊、刘建涛、杨智国、李斌、宫玲玲、李春阳、庄佳荣、李桂华、梁变春。

全国团体标准信息平台

混合型饲料添加剂中乳酸的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了混合型饲料添加剂中乳酸测定的高效液相色谱法。
本文件适用于混合型饲料添加剂中含量不低于6%的乳酸的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中乳酸用水超声提取，高效液相色谱分离，紫外检测，外标法定量。

5 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

5.1 水：GB/T 6682，一级。

5.2 乙腈：色谱纯。

5.3 磷酸溶液（0.1%）：量取 1 mL 磷酸，加水混匀并定容至 1 000 mL。

5.4 流动相：乙腈（5.2）+0.1%磷酸溶液（5.3）=2.5+97.5。

5.5 乳酸标准储备溶液（10 mg/mL）：按 GB/T 23877—2009 中附录 A 的方法制备和标定。

5.6 乳酸标准工作溶液（1 mg/mL）：准确移取 1 mL 乳酸标准储备溶液（5.5）置于 10 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。现用现配。

5.7 中速定量滤纸：直径 15 cm。

5.8 微孔滤膜：0.45 μm，水相。

6 仪器设备

6.1 高效液相色谱仪：配备紫外检测器。

6.2 分析天平：感量 0.1 mg。

6.3 超声波振荡器。

7 样品

按 GB/T 20195 制备试样，粉碎过 0.425mm 分析筛，充分混匀，至少 200 g。密闭保存。

8 试验步骤

8.1 试样溶液制备

平行做两份试验。称取试样适量（约相当于乳酸100 mg，精确至0.1 mg）置于三角瓶中，加入60 mL 水混匀，50 °C超声提取20 min，在提取过程中振摇2次~3次。冷却至室温，转移至100 mL容量瓶中，用少量水冲洗三角瓶2次~3次，合并洗液于容量瓶中，摇匀，定容，用中速定量滤纸过滤。取部分滤液过0.45 μm微孔滤膜，作为试样溶液。

8.2 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱：C₁₈，长250 mm，内径4.6 mm，粒径5 μm。或性能相当者；
- b) 柱温：25°C；
- c) 检测波长：210 nm；
- d) 流动相：乙腈+0.1%磷酸溶液=2.5+97.5；
- e) 流速：1.0 mL/min；
- f) 进样量：10 μL。

8.3 测定

8.3.1 标准工作溶液和试样溶液测定

在仪器最佳工作条件下，分别上机测定乳酸标准工作溶液（5.6）和试样溶液（8.1），乳酸标准工作溶液的液相色谱图见附录A。

8.3.2 定性

以保留时间定性，试样溶液中乳酸保留时间应与标准工作溶液中乳酸的保留时间一致，其相对偏差在±2.5%之内。

8.3.3 定量

试样溶液中乳酸的浓度与标准工作溶液浓度相差不超过30%。如超出浓度范围，应将试样溶液用水稀释后，重新测定。如浓度低于工作溶液浓度范围，则增加称样量，重新测定。

9 试验数据处理

试样中乳酸的含量 ω ，以质量分数表示，单位为百分含量(%), 按式（1）计算：

$$\omega = \frac{A_i \times V \times \rho}{A_{Si} \times m \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

A_i ——样品色谱图中乳酸的色谱峰面积；

V ——试样定容体积，单位为毫升（mL）；

ρ ——标准工作溶液中乳酸浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

A_{si} ——标准品色谱图中乳酸的色谱峰面积；

m ——试样质量，单位为克（g）；

1 000——换算系数。

测定结果用平行测定的算术平均值表示，计算结果保留3位有效数字。

10 精密度

在重复性条件下，两次独立测试结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的10%。

附录 A
(资料性)
乳酸标准工作溶液液相色谱图

乳酸标准工作溶液的液相色谱图见图A.1。

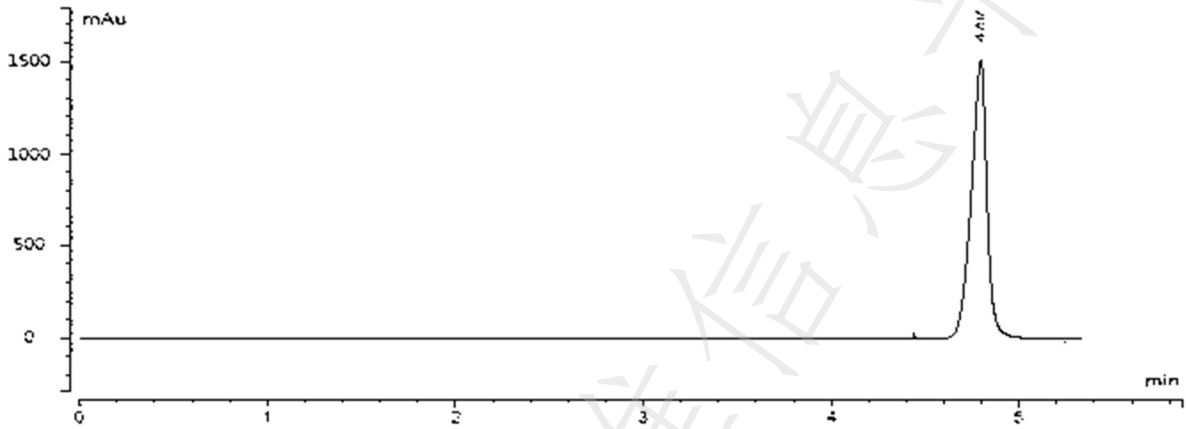


图 A.1 乳酸标准工作溶液 (1 mg/mL) 的液相色谱图