



中华人民共和国国家标准

GB/T 17815—2018
代替 GB/T 17815—1999

饲料中丙酸、丙酸盐的测定

Determination of propionic acid, propionate in feeds

2018-09-17 发布

2019-04-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 17815—1999《饲料中丙酸、丙酸盐的测定》。

本标准与 GB/T 17815—1999《饲料中丙酸、丙酸盐的测定》相比,除编辑性修改外,主要技术内容变化如下:

- 增加方法的检出限和定量限(见第 1 章);
- 修改了试样溶液制备中磷酸的浓度(见 3.5.1,1999 年版 7.1);
- 增加了试样溶液制备中的试剂石英砂和甲酸(见 3.5.1);
- 气相色谱柱由填充柱改为毛细管柱,色谱条件也相应改变,定量由内标法改为外标法(见 3.5.3,1999 年版 7.2);
- 增加了液相色谱法;
- 结果表述单位由“%”改为“mg/kg”(见 3.6,1999 年版第 8 章);
- 增加了资料性附录。

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:国粮武汉科学研究设计院有限公司[国家饲料质量监督检验中心(武汉)]。

本标准主要起草人:刘小敏、高俊峰、黄昌郡、王思思。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 17815—1999。

饲料中丙酸、丙酸盐的测定

1 范围

本标准规定了饲料中丙酸、丙酸盐的气相色谱和高效液相色谱测定方法。

本标准适用于丙酸含量在 3 000 mg/kg 以下的饲料原料、配合饲料、浓缩饲料中丙酸、丙酸盐(以丙酸计)的测定。

本标准中的气相色谱法的检出限为 30 mg/kg,定量限为 100 mg/kg;高效液相色谱法的检出限为 30 mg/kg,定量限为 100 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 14699.1 饲料 采样

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 气相色谱法(仲裁法)

3.1 原理

试样中的丙酸、丙酸盐经磷酸酸化,丙酸盐转化为丙酸,水蒸气蒸馏将丙酸与基质分离,馏出液中的丙酸经气相色谱仪氢火焰离子化检测器检测,外标法定量。

3.2 试剂或材料

除非另有说明,在分析中仅使用分析纯试剂。

3.2.1 水,GB/T 6682,一级。

3.2.2 磷酸:优级纯。

3.2.3 氯化钠。

3.2.4 石英砂。

3.2.5 硅油。

3.2.6 磷酸溶液(1+1):量取 50 mL 磷酸用水稀释至 100 mL,混匀。

3.2.7 甲酸溶液(2+98):移取 2 mL 甲酸用水稀释至 100 mL,混匀。

3.2.8 丙酸标准贮备溶液:准确称取 1.031 0 g 丙酸($C_3H_6O_2$,纯度 $\geq 97\%$)于 100 mL 容量瓶中,加水溶解并定容,摇匀。此液 1 mL 含 10 mg 丙酸,此溶液在 4 ℃可保存 30 d。

3.2.9 丙酸标准工作溶液:移取丙酸标准贮备溶液(3.2.8)10.0 mL 置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释定容。此液 1 mL 含 1 mg 丙酸,临用现配。

3.2.10 0.45 μm 滤膜。

3.3 仪器设备

3.3.1 气相色谱仪:带氢火焰离子化检测器。



3.3.2 水蒸气蒸馏装置:具 500 mL 蒸馏烧瓶。

3.3.3 分析天平:感量 0.000 1 g 和 0.1 g。

3.4 样品

按 GB/T 14699.1 采样,按 GB/T 20195 制备试样,粉碎后过 0.42 mm 孔径的分析筛,混匀后装入密闭容器中备用。

3.5 试验步骤

3.5.1 试样溶液的制备

平行做两份试验,准确称取 50 g 试样(精确至 0.1 g)置于 500 mL 的蒸馏瓶中,迅速加入 200 mL 水,80 g 氯化钠(3.2.3),10 mL 磷酸溶液(3.2.6),10 g 石英砂(3.2.4)及 2~3 滴硅油(3.2.5),立即进行水蒸气蒸馏,将 250 mL 容量瓶置于冰水浴中作为吸收液装置,蒸馏直至馏出液接近 240 mL 时停止。将容量瓶室温下放置 30 min,加 1.0 mL 甲酸溶液(3.2.7),用水定容。充分摇匀后用 0.45 μm 的滤膜过滤待测。

3.5.2 标准系列溶液的制备

准确移取丙酸标准工作溶液(3.2.9)2.5 mL、5.0 mL,丙酸标准贮备溶液(3.2.8)1.0 mL、2.5 mL、5.0 mL、10.0 mL 置于 500 mL 蒸馏瓶中,迅速加入 200 mL 水,80 g 氯化钠(3.2.3),10 mL 磷酸溶液(3.2.6),立即进行水蒸气蒸馏,将 250 mL 容量瓶置于冰水浴中作为吸收液装置,蒸馏直至馏出液接近 240 mL 时停止。将容量瓶在室温下放置 30 min,加 1.0 mL 甲酸溶液(3.2.7),用水定容,摇匀后用 0.45 μm 的滤膜过滤,其丙酸标准溶液最终浓度分别为 10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、40.0 μg/mL、100.0 μg/mL、200.0 μg/mL、400.0 μg/mL。

3.5.3 参考气相色谱条件

色谱柱:聚乙二醇(PEG)石英毛细管柱,柱长 30 m,内径 0.25 mm,膜厚度 0.5 μm 或等同性能色谱柱。

载气:氮气,纯度>99.99%。

载气流速:1.0 mL/min。

进样口温度:250 ℃。

分流比:5:1。

检测器温度:250 ℃。

柱温箱温度:110 ℃保持 5 min,然后以 10 ℃/min 的速率升到 180 ℃,保持 5 min。

进样量:1 μL。

3.5.4 测定

在上述气相色谱条件下,将丙酸标准系列溶液及试样液注入气相色谱仪测定,采用单点或多点校正,外标法定量。标准溶液色谱图参见附录 A 中的图 A.1。

3.6 试验数据处理

丙酸含量以质量分数 w_1 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——丙酸标准溶液中丙酸浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

V ——蒸馏液的体积，单位为毫升(mL)；

m ——试样质量，单位为克(g)。

测定结果用平行测定结果算术平均值表示，计算结果保留三位有效数字。

丙酸盐含量以丙酸计。

3.7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果与其算术平均值的绝对差值不大于该平均值的 15%。

4 高效液相色谱法

4.1 原理

试样中的丙酸、丙酸盐经磷酸酸化，水蒸气蒸馏(丙酸盐转化为丙酸)与基质分离，馏出液经液相色谱仪紫外检测器检测，外标法定量。

4.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯的试剂。

4.2.1 水，GB/T 6682，一级。

4.2.2 磷酸：优级纯。

4.2.3 乙腈：色谱纯。

4.2.4 硅油。

4.2.5 氯化钠。

4.2.6 石英砂。

4.2.7 磷酸溶液(1+1)：量取 50 mL 磷酸用水稀释至 100 mL，混匀。

4.2.8 甲酸溶液(2+98)：移取 2 mL 甲酸用水稀释至 100 mL，混匀。

4.2.9 磷酸氢二铵缓冲液($\text{pH}=3.0$)：称取 1.5 g 磷酸氢二铵，加水溶解并定容至 1 000 mL，用磷酸溶液(4.2.7)调节 pH 值 3.0 左右，临用现配。

4.2.10 丙酸标准贮备溶液：准确称取 1.031 0 g 丙酸($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_2$ ，纯度 $\geq 97\%$)于 100 mL 容量瓶中，加水溶解并定容，摇匀。此液 1 mL 含 10 mg 丙酸，此溶液在 4 $^{\circ}\text{C}$ 可保存 30 d。

4.2.11 丙酸标准工作溶液：移取丙酸标准贮备溶液(4.2.10)溶液 10.0 mL 置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释定容。此液 1 mL 含 1 mg 丙酸，临用现配。

4.2.12 0.45 μm 滤膜。

4.3 仪器设备

4.3.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器。

4.3.2 水蒸气蒸馏装置：具 500 mL 蒸馏烧瓶。

4.3.3 分析天平：感量 0.000 1 g 和 0.1 g。

4.3.4 pH 计。

4.4 样品

按 GB/T 14699.1 采样，按 GB/T 20195 制备试样，粉碎后过 0.42 mm 孔径的分析筛，混匀后装入密闭容器中备用。

4.5 试验步骤

4.5.1 试样溶液的制备

同 3.5.1。

4.5.2 标准系列溶液的制备

同 3.5.2。

4.5.3 参考液相色谱条件

色谱柱： C_{18} 柱，柱长 250 mm，内径 4.6 mm，粒径 5 μm 或等效色谱柱；

流动相：量取磷酸氢二铵缓冲液(4.2.9)980 mL，加入乙腈(4.2.3)20mL，混匀。

流速：1.0 mL/min；

柱温：30 $^{\circ}\text{C}$ ；

波长：214 nm；

进样量：10 μL ~20 μL 。

4.5.4 测定

在上述液相色谱条件下，将丙酸标准系列溶液及试样液注入液相色谱仪测定，采用单点或多点校正，外标法定量。标准溶液色谱图参见图 A.2。

4.6 试验数据处理

丙酸含量以质量分数 w_2 计，数值以毫克每千克(mg/kg)表示，按式(2)计算：

$$w_2 = \frac{c \times V}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c ——丙酸标准溶液中丙酸浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

V ——蒸馏液的体积，单位为毫升(mL)；

m ——试样质量，单位为克(g)。

测定结果用平行测定结果算术平均值表示，计算结果保留三位有效数字。

丙酸盐含量以丙酸计。

4.7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果与其算术平均值的绝对差值不大于该平均值的 15%。

附 录 A
(资料性附录)
丙酸标准溶液色谱图

丙酸标准溶液气相色谱图和高效液相色谱图分别见图 A.1 和图 A.2。

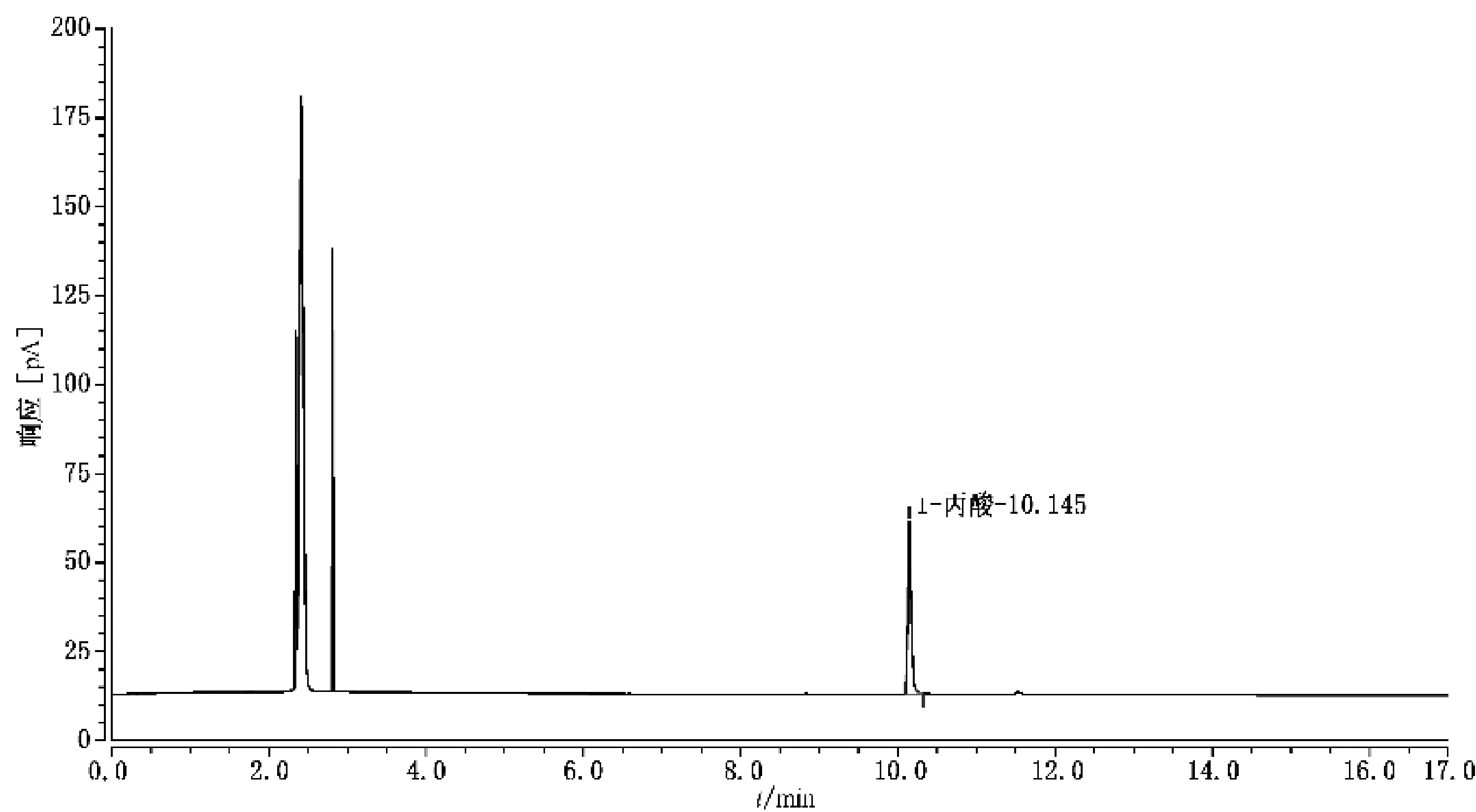


图 A.1 丙酸标准溶液 100 µg/mL 的气相色谱图

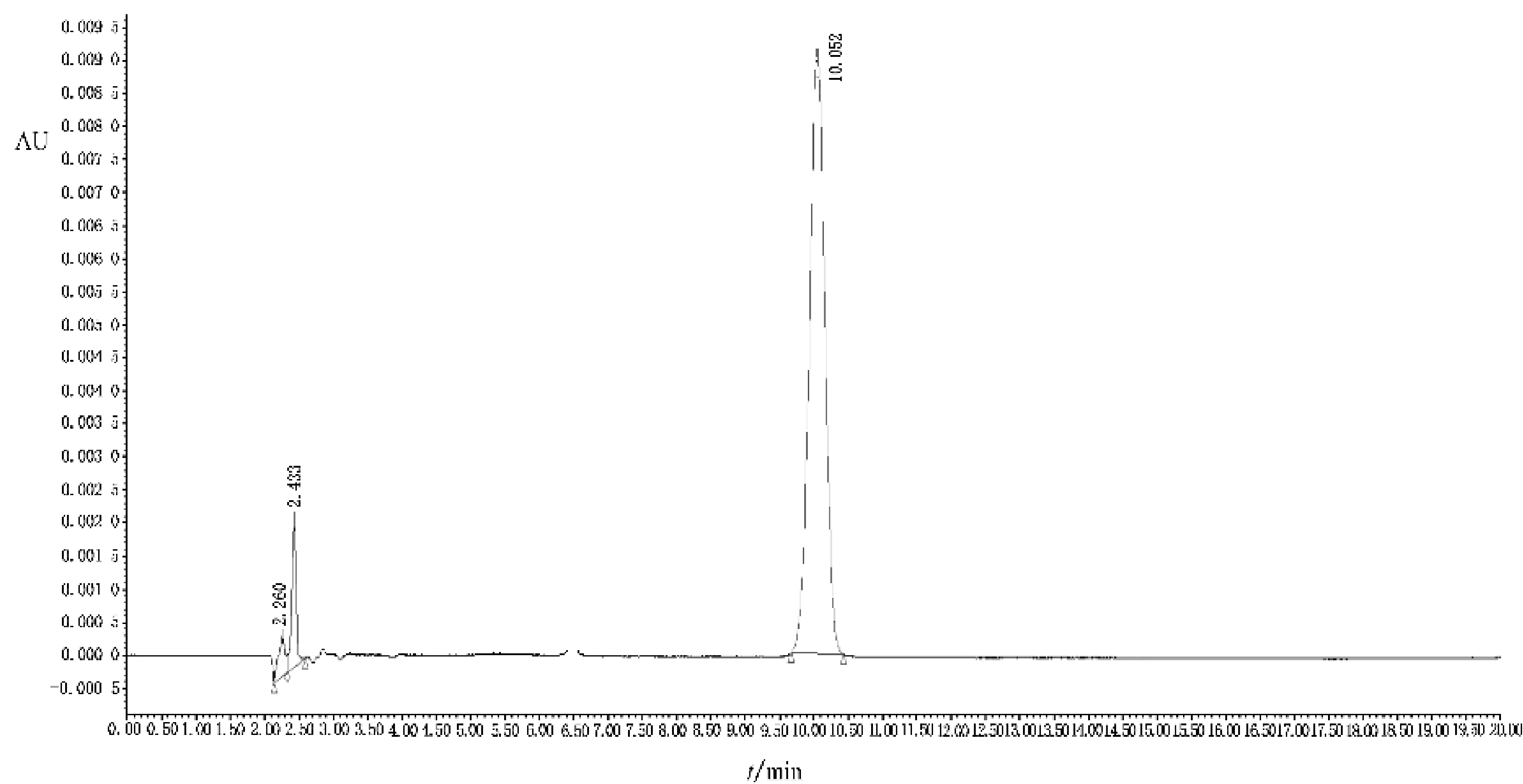


图 A.2 丙酸标准溶液 100 µg/mL 的高效液相色谱图