

天测量值基本不变。两周后,碘乙烷下降量达 3—5%,其它成分基本不变。说明样品对定量测定是足够稳定的。

讨 论

(一)从 OV-101 柱的定量结果表明该催化反应产物中水、乙醇、碘乙烷、丙酸和丙酸乙酯共占总峰面积约 99.5%,它们是反应产物中的主成分(待测组分),而且均可被 GDX-103 柱洗脱和 TCD 检测,故本法先用 OV-101 毛细柱精细分离定性后,再于 GDX-103 填充柱上用校正归一化法定量是适宜的。

(二)本法对各组分定量测定的相对标准偏差小于 5%,符合测定要求。丙酸谱峰拖尾是误差大的原因,提高其进样量可减少测量误差。

(三)对本催化产物曾筛选过 PEG-20M 柱、FFAP 柱和 SE-30 柱均未能达到大量乙醇与水与碘乙烷的分离。选用 GDX-103 柱可使水在乙醇前出峰,以实现五种主成分清晰分离。

参 考 文 献

[1]刘俊杰,第四次全国色谱学术报告会文集,上海,P.205,

1983.

[2]徐杰等,色谱,7(4),254(1989).

[3]S. L. Mackenzie et al., J. Chromatogr.,173.53 (1979).

[4]葛德钧等,色谱,7(6),384(1989).

(收稿日期:1990年5月4日)

Gas Chromatography Analysis of the Reaction Products of Ethanol Carbonylation Guo Youjia and Ren Qing, Fujian Institute of Research on the Structure of Matter, Academia Sinica, Fuzhou, 350002

In this paper, a method is put forward to analyse the reaction products of ethanol carbonylation by gas chromatography. The reaction products of ethanol carbonylation is a multi-series mixture. It contains probably water, ethanol, iodoethane, propionic acid, ethyl propionate, formaldehyde, ether, etc. In our work, first the qualitative analysis was carried out by comparing the results from OV-101 fused silica capillary column and the GDX-103 packed column, and then the quantitative analysis was carried out with TCD detector and the GDX-103 column. The components identified were determined by the area normalization method. Our method has the features of simplicity, rapidity and accuracy.

食品中乳酸的快速气相色谱分析

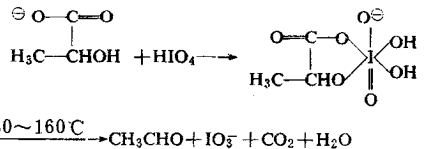
冯振声*

周伯清

(湖南常德卫生学校, 415000)

原 理

乳酸与高碘酸作用发生下列反应^[4]:



在含有乳酸的试液中加入过量高碘酸,混匀后进样,即于汽化室迅速发生上述反应而产生乙醛,经分离后用 FID 检出,其含量与峰高成正比,由此可定量。

由于乳酸菌的作用,在用发酵方法生产的食品及酸败变质食品中均含有一定量乳酸^[1]。故食品中乳酸含量的高低对其风味和卫生质量评价具有一定的参考价值。

目前,食品中乳酸的气相色谱分析是将其先和低级脂肪酸一起从样品中分离,再经酯化处理后进样,其分析手续较繁,保留时间长^[2,3],直接进样单独分析的方法尚未见报道。本文探讨了食品中乳酸的气相色谱单独分析方法,试验证明,样品可不经或经简单前处理即可进样分析。该法简便、快速、灵敏,结果令人满意。

* 现在常德高等专科学校食品系工作,415000。

实验部分

(一) 仪器与试剂

气相色谱仪 SP-2305型(北京分析仪器厂), FID; 不锈钢螺旋柱; 2m×Φ3mm; 填充 GDX-103(80-100目)。

乳酸标准溶液 化学纯乳酸经蒸馏纯化^[5], 加水稀释, 用 0.1mol/L NaOH 标准溶液于自动电位滴定计上标定(终点 pH 为 8.2), 保存于冰箱中作储备液, 临用时稀释; 乙醛(AR); 高碘酸(AR)。

(二) 色谱条件

气体流速 载气(N₂): 35ml·min⁻¹, 空气: 400ml·min⁻¹, H₂: 45ml·min⁻¹。温度 汽化室: 140℃, 柱箱: 154℃, 检测室: 170℃。衰减: 1/8。纸速: 300mm/h。

(三) 定性定量

1. 定性 利用保留时间一致和峰加高法定性。试验证明, 乳酸标准溶液和 20% HIO₄ 混合后进样与进乙醛样所得色谱峰的保留时间一致, 在上述色谱条件下均为 1'21", 见图 1。

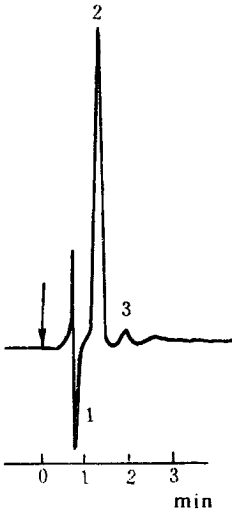


图 1 乳酸标准色谱图
峰: 2: 乙醛; 1, 3: 未知

2. 标准曲线制作 于 10ml 具塞试管中准确加入一定量标准乳酸, 加水至 1.00ml, 20% HIO₄ 0.50ml, 混匀后进样 0.5μl, 各三次, 峰高取平均值, 得回归方程式为:

$$h = 0.1922 + 4.4067W$$

式中 h 表示峰高(mV), W 表示乳酸量(μg)。含量在 0.10—4.00mg/1.50ml 之间线性关系良好, r=0.9973。

(四) 样品处理

1. 酱油 准确吸取样品液 10.0ml 于 100ml 量

瓶中, 加水至刻度后供测定用。

2. 酒 取适量样品液于玻璃蒸发皿内, 用 4% KOH 调溶液 pH 为 8—9, 于沸水浴上蒸发浓缩至约 5ml, 冷却, 用 2mol/L HCl 调 pH 为 1—2, 用蒸馏水转移定容 10.0ml, 供测定用。

3. 乳液及乳制品 准确吸取乳液(乳粉按文献^[6]配成乳液)10.0ml 于 50ml 具塞试管中, 加 20% 三氯醋酸 10ml, 摇匀, 密塞, 于 90℃ 水浴中保温 30min, 并时时加摇动。取出冷却、过滤, 用少量水洗涤沉淀, 洗液并入滤液, 用水定容 20.0ml, 供测定用。

4. 果汁类饮料 准确吸取样品液 20.0ml 于 125ml 分液漏斗中, 加 NaCl 5g 使成饱和溶液, 加 6mol/L HCl 2ml 酸化。用乙醚 30, 20, 20, 20ml 提取四次, 合并醚层提取液, 用酸性水(5ml 水加 6mol/L HCl 0.5ml) 洗涤醚层两次, 弃洗液。醚层通过无水 Na₂SO₄ 层滤入 K-D 浓缩器中, 用 10ml 乙醚冲洗无水 Na₂SO₄ 层, 洗液并入 K-D 浓缩器中, 水浴浓缩至充分干燥(或将醚层滤入蒸发皿内于 40℃ 水浴充分挥干)。用 0.01mol/L HCl 溶液充分溶解残渣并定容 1—5ml, 供测定用。

(五) 样品分析

准确吸取样品处理液 1.00ml, 按与标准样相同的方法进行分析, 将峰高平均值代入回归方程求得其乳酸重量后再换算成样品百分含量。

结果与讨论

(一) 样品分析结果 各样品分析结果见表 1 和图 2、3。其中牛乳色谱图与图 2 相仿, 桔汁色谱图同图 3 相近。

表 1 样品乳酸含量分析结果

样 品	平均含量 (测定次数)	标准差	变异系数 (%)	平均回收率 (%)
原汁酱油 (g/100ml)	2.04(5)	0.065	3.2	98.5
德山大曲 (mg/100ml)	96.3(4)	1.70	1.8	100.7
浓缩桔汁 (mg/100ml)	14.6(4)	0.22	1.5	90.5
牛 乳 (g/100ml)	0.17(5)	0.012	7.0	92.8

(二) 汽化温度影响 当汽化温度低于 130℃ 时, 不出峰或虽出峰但峰高与乳酸含量无定量关系; 当汽化温度高于 160℃ 时, 虽出峰但保留时间增长且灵敏度底。这可能是在较低温度时乳酸与高碘酸在汽化室的反应不能瞬间定量完成; 而在较高温度时乳

酸来不及与高碘酸反应就已汽化或分解的缘故,本实验选择 140℃。

(三)高碘酸用量及时间的影响 高碘酸一般应过量 10 倍,且应视样品种类而定。试验证明:样品中某些物质在室温下即可与高碘酸反应产生碘。两者混合后立即进样与放置一段时间后进样,5min 内峰高无变化。

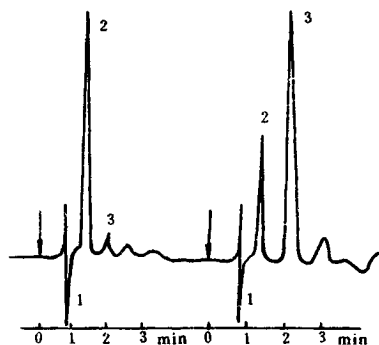


图 2 酱油色谱图 图 3 酒样色谱图

峰:同图 1 峰:1. 未知, 2. 乙醛, 3. 乙醇。

(四)柱寿命考察 本分离柱经连续试用 40 多天,进样 700 余次(其中酱油样 300 余次,酒样 400 余次),未见对仪器各部件特别是检测器有腐蚀作用,且峰高无明显变化。拆开汽化室,发现有少量沉积物,该沉积物可用适当溶剂洗去。本方法有实际应用价值。

参考文献

[1]无锡轻工业学院、天津轻工业学院,《食品微生物学(高等学校轻工专业试用教材)》轻工业出版社,北京,184—274 页,1987。
 [2]D. B. Drucker, J. Chromatogr. Sci., 8, 489(1970).
 [3]沈尧绅、曾祖训,《白酒气相色谱分析》,轻工业出版社,北京,83~92 页,1986。
 [4]南京大学化学系有机化学教研室,《有机化学(下册)》,人民教育出版社,196 页,1981。
 [5]薛德炯译订,英汉化学辞典,中国工业出版社,北京,648 页,1964。
 [6]中华人民共和国国家标准,《食品卫生检验方法(理化部分)》,中国标准出版社,193 页,1987。

(收稿日期:1990 年 1 月 19 日)

Rapid Determination of Lactic Acid in Food by Gas Chromatography Feng Zhensheng and Zhou Boqing, Hunan Changde Health School, Changde, 415000

A rapid, sensitive and accurate procedure for the determination of lactic acid in food by gas chromatography with a column of GDX-103 (80—100 mesh) is described. An excess of periodic acid was added into the sample containing lactic acid. the mixture was injected directly into injector. The lactic acid reacted with periodic acid and was oxidized to ethanal instantly at 140℃. The recovery range was 90—102% and the coefficient of variation was less than 7.0%.

新型高效杀虫剂甲氰菊酯及其制剂的气相色谱分析

张颖梅 陈惠麟 于振远 郭和夫*

(中国科学院大连化学物理研究所,大连,116023)

甲氰菊酯(Fenprothrin),商品名为 Meotherin,是一种合成的广谱、高效的拟除虫菊酯类杀虫剂。为了配合甲氰菊酯的合成研究及工业开发,我们在国内首次建立了反相高效液相色谱法^[1]。本文报告我们建立的适于工业生产检测的气相色谱定量分析方法。

实验部分

(一)仪器和试剂 上海分析仪器厂 103 型(或

102 型)气相层析仪,日本岛津 C-R1B 色谱数据处理机。用甲醇经四次重结晶得到纯度为 99.70%的甲氰菊酯白色结晶,熔点 49.0~50.0℃,作为甲氰菊酯标准品;角鲨烷(或二十二烷)作定量用内标;二甲苯、甲醇用作溶剂,均为分析纯。

(二)色谱条件 用 102 白色担体(60—80 目),3%OV-101,1m×Φ3mm 作填充色谱柱,柱温 240℃,汽化室温度 290℃,检测器温度 250℃;载气(N₂)1.18

* 参加工作还有杨秀芝、韩梅。