

## 填充柱气相色谱法直接进样测定乳酸产品中乳酸含量

陆益民, 宋光泉, 闫杰, 周红军

(仲恺农业技术学院 化学与化工系, 广东广州, 510225)

**摘要** 乳酸不经转化直接进样, 以正丁醇为内标, 在 10% PEG-20M(3 m×3 mm)填充柱上分离, 氢火焰离子化检测器测定, 建立了气相色谱法直接测定发酵法乳酸产品中乳酸的方法。该方法的线性相关系数达 0.999 4, 相对标准偏差为 0.44%, 平均回收率为 97.80%, 检出限为  $5.62 \times 10^{-3}$  mg/mL。方法简便, 快速, 准确。

**关键词** 填充柱气相色谱法, 直接进样, 乳酸, 内标法

乳酸广泛用于食品、医药、化工等领域。目前国内对各种产品乳酸含量的标准分析方法都是化学法<sup>[1~3]</sup>, 即酸碱滴定法。当其中存在杂酸时, 化学法测得的乳酸含量大于乳酸的实际含量。已报道的乳酸的测定方法主要有高效液相色谱法<sup>[4]</sup>和气相色谱法<sup>[5~6]</sup>, 采用气相色谱法分析乳酸都是将乳酸酯化<sup>[5~6]</sup>, 即将极性很强的乳酸转化为弱极性的酯类衍生物, 或使乳酸发生其它反应。而采用高效液相色谱法, 操作繁琐。乳酸是短链羧基酸, 受热易分解, 以往认为其在气相色谱仪气化室中发生分解<sup>[7]</sup>, 因而有关采用气相色谱法直接测定乳酸的报道极少。

笔者采用 10%PEG-20M(3 m×3 mm)填充柱, 通过控制色谱条件, 成功地用气相色谱法直接进样, 测定乳酸的含量, 并获得理想的效果。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

GC122 气相色谱仪(上海分析仪器厂); 10%PEG-20M(3m×3mm)不锈钢填充柱; 乳酸标准品, 滴定纯度大于 98%; 正丁醇为 AR; 乳酸样品。

### 1.2 色谱条件

色谱柱: 3 m×3 mm 不锈钢柱, 固定相: 10%PEG-20M。FID 检测器; 载气( $N_2$ )流速: 30 mL/min; 氢气流速: 88 mL/min; 空气流速: 300 mL/min; 进样器温度: 160℃; 离子室温度: 160℃; 柱温: 150℃; 进样量: 0.4  $\mu$ L。

## 2 结果与讨论

### 2.1 定性及定量分析

采用标准品加入法或保留时间对乳酸样品中的

乳酸进行定性分析。以正丁醇为内标, 采用内标工作曲线法进行定量。

### 2.2 工作曲线的制备

准确称取乳酸标准品 1、2、4、6、8g, 分别置于 10mL 容量瓶中, 准确加入一定量内标物正丁醇, 用蒸馏水定容, 摇匀。依次吸取 0.4  $\mu$ L 溶液进样, 测定乳酸和正丁醇离子流色谱峰面积。并以乳酸与正丁醇的离子峰面积比(Y)对乳酸质量浓度( $\rho$ , g/mL)作图, 得工作曲线, 求得回归方程为:  $Y = 0.1169\rho + 0.0085$ , 相关系数  $r = 0.9994$ , 工作曲线线性良好。将标准品稀释至一定浓数, 并以信噪比  $S/N = 3$  计算出乳酸的检出限为 5.62  $\mu$ g/mL。

### 2.3 乳酸样品的分析

准确称取乳酸样品 4g 置于 10mL 容量瓶中, 准确加入一定量内标物正丁醇, 用蒸馏水定容, 摇匀。吸取 0.4  $\mu$ L 溶液进样, 测定乳酸和正丁醇离子流色谱图峰面积。由回归方程求出乳酸样品中乳酸含量。乳酸样品的离子流色谱图如图 1 所示, 从图 1 可见, 乳酸和正丁醇的离子色谱峰峰形、相互之间及与其它成分离子峰之间分离良好, 可以进行定性、定量分析。

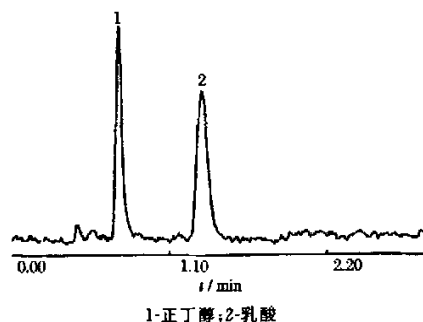


图 1 乳酸和正丁醇离子流色谱图

### 2.4 气化室和检测器温度的确定

乳酸在 190℃下完全分解<sup>[7]</sup>, 气化室和检测器温度都不能太高。经实验, 气化室和检测器温度高于

第一作者: 学士, 高级实验师。

收稿日期: 2007-04-02

230℃时,检测不到乳酸峰,气化室和检测器温度在230~170℃时,乳酸峰面积较小,显示有部分乳酸分解。为保证乳酸不被分解,并且获得良好的峰形,选择160℃作为气化室和检测器温度。

## 2.5 柱温的选择

乳酸的沸点在120℃左右,柱温设在150℃,乳酸、正丁醇分离情况较好,并且峰形好。

## 2.6 方法精密度和回收率试验

在相同条件下,对同一样品进行6次平行测试,结果见表1,RSD为0.44%,表明方法的精密度较高。

表1 精密度试验

测定次数						平均含量	变异系数
1	2	3	4	5	6	/%	RSD/%
86.72	87.02	87.21	87.44	86.45	87.35	87.03	0.44

在3组已知乳酸含量的样品中,分别加入一定量的标准液,按上述色谱条件,测定其中乳酸含量,计算回收率结果见表2,平均回收率为97.80%。

表2 回收试验结果(n=3)

本底值 / mg · mL <sup>-1</sup>	加入量	测定值	回收率 /%	平均 回收率/%
	0.135	0.368	96.84	
0.245	0.214	0.450	98.04	97.80
	0.231	0.469	98.53	

## 3 结 论

(1) 乳酸不经转化直接进样,在载气(N<sub>2</sub>)流速为30 mL/min, H<sub>2</sub> 流速为88 mL/min,空气流速为300 mL/min,进样器和离子室温度为160℃,柱温为

150℃的10%PEG-20M(3 m×3 mm)填充柱上能得到很好地分离。

(2) 文中建立的填充柱气相色谱法直接进样测定发酵法乳酸产品中乳酸含量,方法简单,快速,重现性好,测定结果稳定可靠,可用于发酵企业的产品检测。

(3) 若将该法用于常规分析,乳酸标样的浓度要以化学法为基准进行校正,用气相色谱法确定有无机杂酸,若有应扣除,以减少误差。

(4) 该法只能测定乳酸产品中乳酸总量,而不能判断是D-或L-型乳酸。

## 参 考 文 献

- 1 国家标准总局. 中华人民共和国国家标准, GB2023—1980. 食品添加剂乳酸
- 2 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 北京: 化学工业出版社, 2000. 403~404
- 3 李泰森译. 食品化学药典(美国)[M]. 兰州: 甘肃省质量能源标准化信息中心出版, 1987. 214~215
- 4 郑志, 姜绍通, 潘丽军, 等. 反相高效液相色谱法测定发酵液中乳酸含量[J]. 食品科学, 24(12): 89~91
- 5 黄建立. 饲料添加剂中乳酸和柠檬酸的毛细管气相色谱法测定[J]. 福建分析测试, 2005, 14(4): 227~229
- 6 苏国岁, 何爱民. 气相色谱-质谱法测定卷烟烟气总颗粒物中的乳酸[J]. 分析试验室, 2006, 25(1): 46~48
- 7 Martin J Playne. Determination of Ethanol, Volatile Fatty Acid, Lactic and Succinic Acid in Fermentation Liquids by Gas Chromatography[J]. J Sci Food Agric, 1985, 36: 638~644

## Determination of Lactic Acid by Direct-injection Technique with Packed Column Gas Chromatography

Lu Yimin, Song Guangquan, Yan Jie, Zhou Hongjun

(Department of Chemistry and Chemical Engineering, Zhongkai University of Agriculture and Technology, Guangzhou 510225, China)

**ABSTRACT** A method to determine lactic acid concentration by gas chromatography was set up without being transformed into other compound. The lactic acid sample was separated with 10%PEG-20M packed column (3m×3mm) and was detected with FID detector. (n-)butanol was used as an internal standard. The linear correlative coefficient was 0.999 4, RSD was 0.44%, the recovery was 97.8% and the detection limit was  $5.62 \times 10^{-3}$  mg/mL. This method was convenient, rapid and accurate.

**Key words** packed colum GC, direct-injection, lactic acid, internal standard method