

## 检测分析

# 气相色谱法同步测定饲料添加剂中百里香酚、香芹酚的研究

宫玲玲, 李会荣

(山东省饲料质量检验所, 山东济南 250022)

**[摘要]** 本研究建立了饲料添加剂中百里香酚、香芹酚的气相色谱同步测定方法。用无水乙醇振荡提取后, 气相色谱进行同步测定, 采用外标法定量。结果表明: 浓度在 0.005 ~ 2.00 mg/mL 线性关系良好, 相关系数均大于 0.99, 方法检测限为 50 mg/kg, 本方法前处理简单, 回收率高, 可实现饲料添加剂中百里香酚、香芹酚的同步测定。

**[关键词]** 气相色谱; 饲料添加剂; 百里香酚; 香芹酚; 同步测定

**[中图分类号]** S816.17

**[文献标识码]** A

**[文章编号]** 1004-3314(2014)02-0038-03

**[Abstract]** A method for the determination of thymol and carvacrol in feeds by gas chromatograph (GC) was developed. In our study, the samples were vibrational extracted with anhydrous alcohol. And external standard method was used for the determination. The results showed that the concentration to peak area was linear related in the range of 0.005 ~ 2.00 mg/mL ( $r > 0.99$ ), and the detection limit was 50 mg/kg. Analysis indicated that this method was accurate and simple with high recovery and could be used in synchronous detection of thymol and carvacrol in feed additive.

**[Key words]** gas chromatograph; feed additive; thymol; carvacrol; synchronous detection

饲料添加剂百里香酚和香芹酚具有抗菌杀菌、促生长、抗氧化活性等作用(胡艳芬等 2010; 金立志, 2008)。我国市场上销售的饲料添加剂百里香酚、香芹酚种类繁多, 但目前尚无单一饲料添加剂百里香酚或香芹酚的国家标准、行业标准, 更没有饲料添加剂百里香酚、香芹酚中两种成分同步检测的方法。

本研究针对饲料添加剂百里香酚、香芹酚添加成分繁多复杂和两种成分为同分异构体的特性, 参照 DB 37/T2141-2012《饲料香味剂中乙基香兰素、乙基麦芽酚、椰子醛和乙酸异戊酯的测定气相色谱法》, 建立了气相色谱法同步检测饲料添加剂中百里香酚、香芹酚的方法, 同时对方法的检出限、准确度和精密度等进行了实验验证。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

1.1.1 试剂 无水乙醇(分析纯)。

1.1.2 仪器和设备 分析天平(感量 0.1 mg); Agilent6890N 气相色谱仪(配有 FID 检测器和可程序升温的柱温箱)。

1.1.3 标准物质 百里香酚、香芹酚标准品纯度

大于 98%。

1.1.3.1 香芹酚、百里香酚混合标准贮备溶液: 准确称取百里香酚 0.1 g、香芹酚 0.1 g 于 10 mL 棕色容量瓶中, 加 5 mL 无水乙醇溶解后, 用无水乙醇定容。该溶液中香芹酚、百里香酚的浓度均为 10 mg/mL。2 ~ 8 °C 密封保存, 保质期 1 个月。

1.1.3.2 香芹酚、百里香酚混合标准中间溶液: 准确移取百里香酚、香芹酚混合标准贮备溶液 1 mL, 置于 10 mL 棕色容量瓶中, 用无水乙醇定容。该溶液中百里香酚、香芹酚的浓度均为 1 mg/mL。2 ~ 8 °C 保存, 保质期 1 周。

1.1.3.3 百里香酚、香芹酚混合标准工作溶液: 准确移取适量百里香酚、香芹酚混合标准贮备溶液和混合标准中间溶液, 分别配制成浓度为 0.005、0.01、0.10、0.20、0.50、1.00、2.00 mg/mL 的混合标准工作溶液, 现用现配。

### 1.2 方法

1.2.1 气相色谱参考条件 色谱柱: HP-5 或同等效果的柱子, 30m×0.25μm; 进样口温度: 270 °C; 进样方式: 分流进样, 分流比 10:1; 载气流速: 2.0 mL/min; 柱温箱温度: 起始 100 °C, 保持 3 min, 以

10 °C/min 的速率升温至 200 °C,保持 3 min;检测器温度:290 °C。图 1 结果表明,该色谱条件能满足色谱分析的需要。

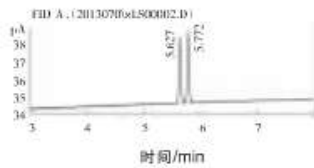


图 1 50 μg/mL 百里香酚、香芹酚混合标样图谱

1.2.2 提取条件的确定 由百里香酚、香芹酚理化特性可知检测的两种物质均能溶解于无水乙醇,因此选用无水乙醇作为提取剂。用空白的载体,添加不同浓度的百里香酚、香芹酚,选用振荡器、漩涡混合器和手动振摇三种不同的方法提取后,上机测定其回收率。由于不同提取方式的回收率几乎相同,且考虑到检测的这两种物质均有挥发性,处理的步骤越简单越好。因此,选用处理简单且不需要其他辅助设备的手动振摇提取方式。即准确称取试样适量(精确至 0.0002 g,使待测溶液中所测物的含量控制在 0.005 ~ 2.00 mg/mL),置于 10 mL 棕色容量瓶中,加 5 mL 无水乙醇,振荡混匀,用无水乙醇定容至刻度。混匀后静置。取上清溶液,溶液过 0.45 μm 的微孔滤膜,供上机测定。

## 2 结果

2.1 方法的线性范围 将标准工作溶液依次从低浓度到高浓度进样,每浓度进样 3 针,按其所得峰面积的平均值与对应的标准溶液浓度(mg/mL)作标准曲线,计算出回归方程和相关系数。实验结果见图 2。结果表明,百里香酚、香芹酚标准工作溶液浓度在 0.005 ~ 2.00 mg/mL 有良好的线性关系,相关系数均达到 0.99 以上。

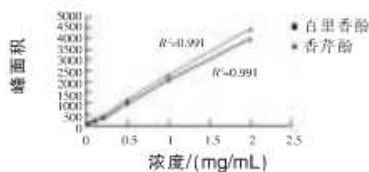


图 2 百里香酚、香芹酚标准曲线

2.2 重复性实验 用 0.500 mg/mL 百里香酚、香芹酚的混合标准中间溶液连续进样 6 次。试验结果见表 1。结果表明,同一浓度的标准溶液有较好的重复性,其 RSD 均小于 5.0%。

表 1 混合标准中间溶液重复性检测

进样次数	峰面积	
	百里香酚	香芹酚
1	885.34766	980.68920
2	855.30420	946.95123
3	846.27136	935.95605
4	849.48590	940.18353
5	860.61908	952.43622
6	881.65747	975.39374
RSD/%	1.9	2.0

2.3 最低定量限的确定 在空白载体中分别添加百里香酚、香芹酚各 50 mg/kg,实验结果见图 3、图 4 和表 2。结果表明,在添加量为 50 mg/kg 时,其回收率为 80% 以上,而添加量为 50 mg/kg 以上回收率也均在 80% 以上。由于该方法中采用程序升温的色谱条件,当添加量小于 50 mg/kg 时,其信噪比不能满足定量的要求,所以将该方法的最低定量限定为 50 mg/kg。目前市场上常见的饲料添加剂中百里香酚、香芹酚的配方含量在 2 ~ 100 g/kg。所以,该定量限完全可以满足实际产品中含量检测的要求。

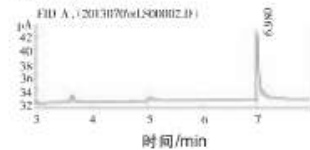


图 3 空白载体色谱图

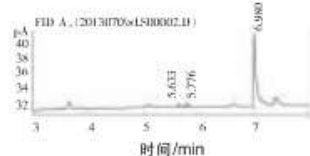


图 4 空白载体中添加百里香酚、香芹酚各 50mg/kg 色谱图

表 2 方法最低定量限检测结果

添加浓度/(mg/kg)	回收率/%	
	百里香酚	香芹酚
50	89	90
50	92	91
50	92	93
50	95	93

2.4 方法的准确度和精密度的测定 在空白载体中分别添加浓度为 50、100、1000、2000、3000、4000、5000、10000、20000 mg/kg 的百里香酚和香芹酚,每个浓度做 4 次重复,分别计算回收率。实

验结果见表3。结果表明,在添加不同浓度的百里香酚、香芹酚时,均可得到较高的回收率,达89%~108%,且相对标准偏差均小于10%。

表3 空白载体添加回收实验结果

添加浓度 (mg/kg)	百里香酚			香芹酚		
	回收率/%	RSD/%	最大值与最小 值相对偏差/%	回收率/%	RSD/%	最大值与最小 值相对偏差/%
50	89.92, 92.95	2.7	3.3	90.91, 93.95	2.4	2.7
100	109.98, 95.98	6.2	6.9	93.89, 95.99	4.4	5.3
1000	105.91, 97.96	6.0	7.1	98.96, 91.97	3.3	3.7
2000	106.99, 101.92	5.8	7.1	95.95, 97.102	3.4	3.6
3000	96.95, 99.104	4.1	4.5	96.93, 97.103	4.3	5.1
4000	102.95, 99.93	4.1	4.6	101.97, 95.106	4.9	5.5
5000	98.89, 91.92	4.2	5.8	95.93, 91.100	4.1	3.6
10000	90.98, 89.108	6.6	6.8	97.98, 89.96	4.3	4.3
20000	93.98, 99.106	5.4	6.5	99.98, 87.106	6.3	7.4

2.5 方法的适用范围 为考察本方法的适用性,我们从市场上收集了3个生产厂家的3个饲料添加剂样品,3个样品中两种成分均有。3个样品测定结果均大于样品添加含量的标示量,检测结果见表4。实际样品色谱图见图5。结果表明,不同的生产厂家、不同成分的香味剂均可用该方法检测。

表4 实际样品检测结果

商品	百里香酚		香芹酚	
	检测值	标示值(≥)	检测值	标示值(≥)
1	0.3	0.2	3.6	3.0
2	0.6	0.5	25.6	19.5
3	0.21	0.2	6.12	4.8

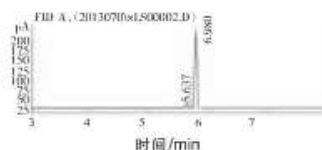


图5 实际样品色谱图

### 3 结论

本实验结果表明,本研究建立的饲料添加剂中百里香酚、香芹酚气相色谱同步检测方法,色谱条件易于掌握,仪器性能稳定,测试数据重复性好,回收率高,精密度和准确度均能满足分析要求,且具有较好的定量限。

#### 参考文献

- [1] 胡艳芬,江文斌,蔡琳琳,等.高百里香酚和香芹酚体外抑菌作用的研究[J].兽药与饲料,2010,10:107.
- [2] 余立志.植物提取物添加剂在单胃动物中的营养研究[J].饲料工业,2008,29(18):2~9. ■

·广告·

## 淮业牌饲料级沸石粉

饲料企业审查合格证编号:豫饲审(2010)15027

### 淮业牌沸石粉产品型号、用途

- 01型:20目、颗粒状,鸡料用。  
 02型:40目、颗粒状,鸡料及载体用。  
 03型:100目、粉状通用型,主用于猪料。  
 04型:100目、黄色粉状,可用于:  
 ①香味剂载体;  
 ②改变产品色泽。  
 05型:100目、粉状、烘干产品,预混料专用。

### 淮业牌沸石粉两项销售承诺

1. “当好参谋”——提供不同饲料产品适合用何种型号沸石粉及沸石粉添加量方面的咨询,详情请拨打(0376)3888581。
2. “服务直通车”——为用户提供送货上门服务。汽运在接您订货电话两至三天内送货到客户仓库,铁路运输两天内发货。

## 信阳淮业矿产品有限公司

地址:河南省信阳市平桥区五里镇(312国道823.1公里处 京珠高速信阳出口东五公里路南侧) 电话:0376-3888581  
 传真:0376-3888570

### 气相色谱法同步测定饲料添加剂中百里香酚、香芹酚的研究

作者: 宫玲玲, 李会荣  
 作者单位: 山东省饲料质量检验所, 山东济南, 250022  
 刊名: 中国饲料

## 气相色谱法同步测定饲料添加剂中百里香酚、香芹酚的研究

 **万方数据**  
WANFANG DATA 文献检索

作者: 宫玲玲, 李会荣  
作者单位: 山东省饲料质量检验所, 山东济南, 250022  
刊名: 中国饲料

PKU

英文刊名: China Feed

年, 卷(期): 2014(2)

本文链接: [http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical\\_zgs1201402021.aspx](http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgs1201402021.aspx)