

利用岛津热分析对饲料添加剂 掺假的鉴别

No.TA-003

摘要： 本文通过对两种饲料添加剂及其伪劣品的热分析试验，及其热分析图谱进行对比，介绍了热分析法鉴别饲料添加剂的方法。

关键词： 饲料添加剂 热分析 鉴别

我国的饲料工业近年来发展速度很快。但由于质量管理措施不够完善，所以饲料添加剂商品质量问题也日益突出。有些饲料添加剂掺假现象比较严重。

固态饲料添加剂会以多晶态或无定形态存在，它们的物理性质如熔融特性、热稳定性会有很大的区别，这些区别会在其热分析图谱上有所体现。若添加剂中含有人为添加的杂质，这些杂质的热分析图谱也往往与主体成分的图谱有明显不同。通过在热分析图谱上对各种吸放热峰的温度、面积、热失重量、温度等因素进行对比，我们就可以方便地判断饲料添加剂品质如何，是否掺假。

实验部分

1、仪器测量条件

仪器型号：DSC-60, DTG-60AH

升温程序：DSC-60：以 10 °C/min 速率，从常温升温至 260 °C（氮气氛围）；

DTG-60AH：以 10 °C/min 速率，从常温升温至 260 °C（氮气氛围）

选用坩锅：普通铝坩锅（Aluminium）

2、测定应用实例

肌醇可用于食品和饲料工业作为添加剂和动物生长激素等。以下实验是利用 DSC-60 测定肌醇样品，并通过比较 DSC 曲线上的熔融峰来鉴别肌醇的实例。

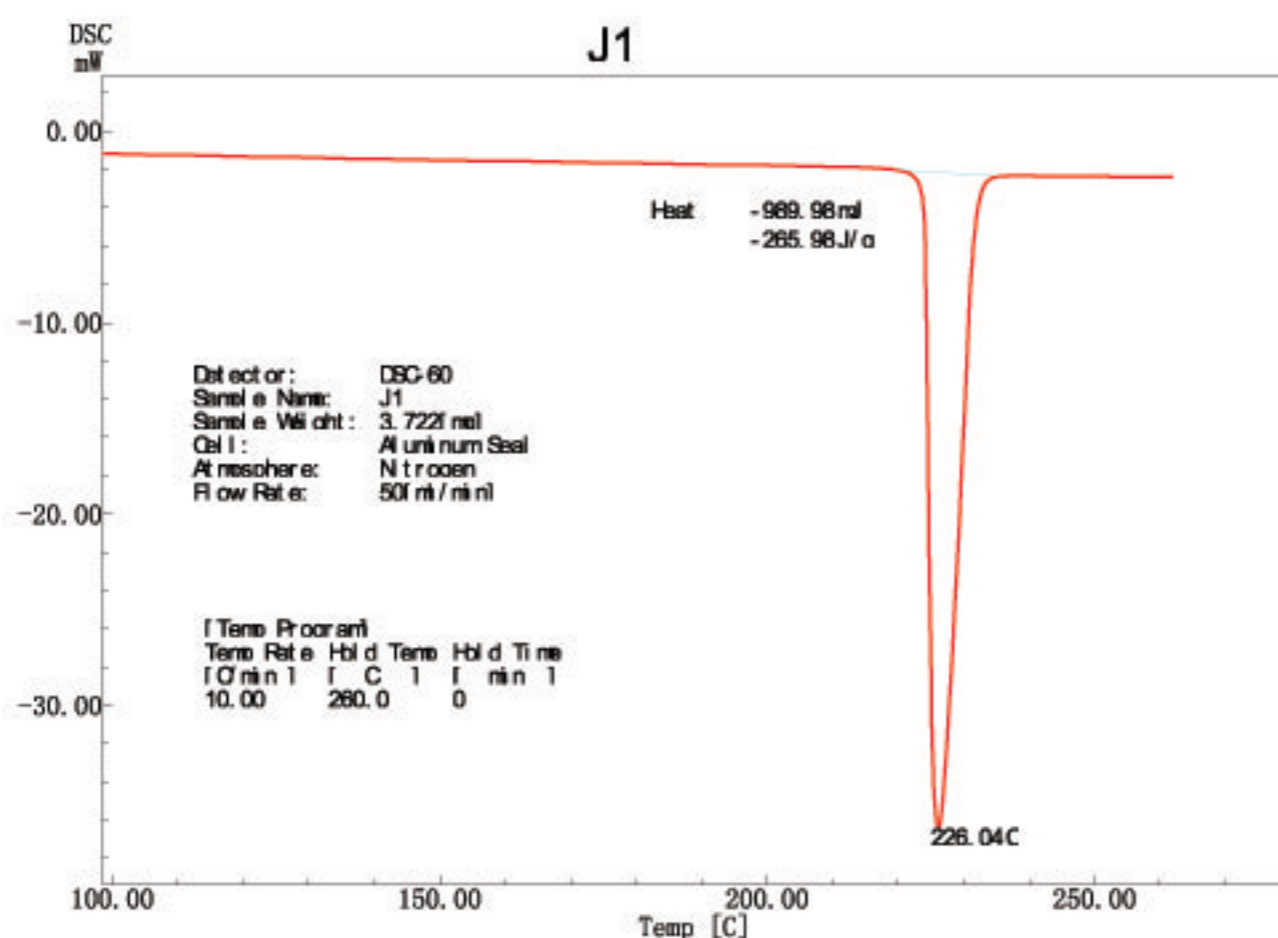


图1 肌醇标准样品J1

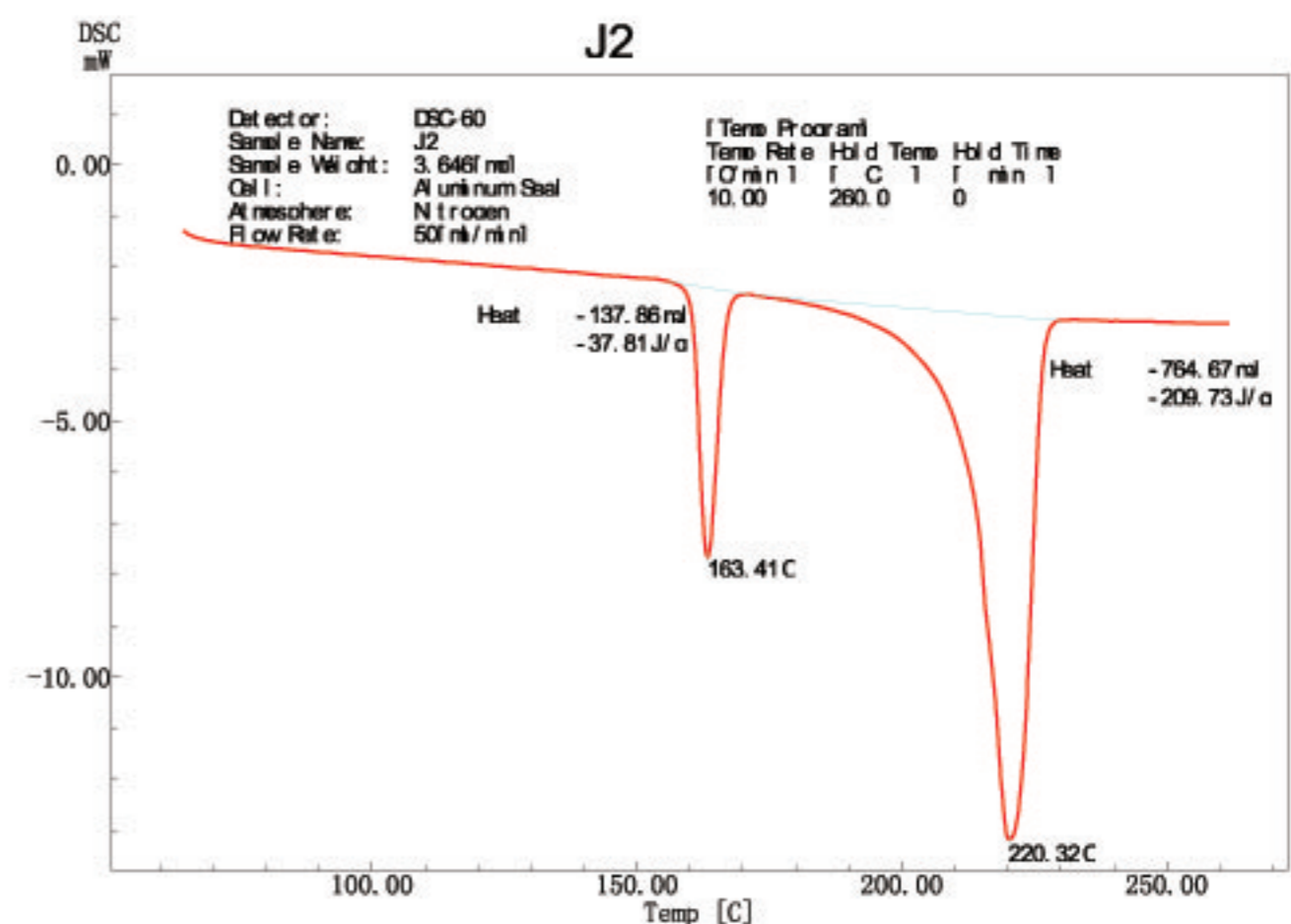


图2 掺假肌醇样品J2

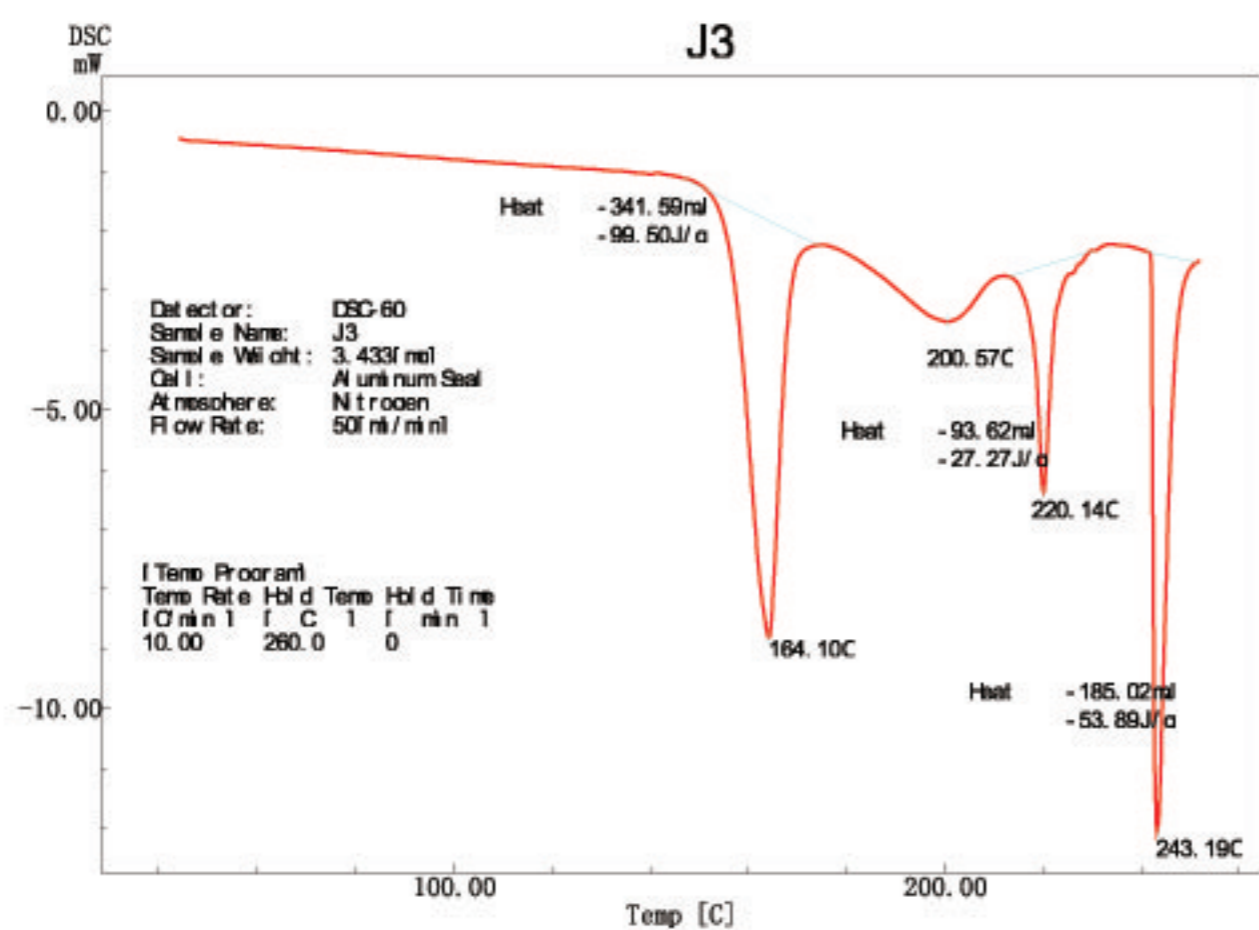


图3 掺假肌醇样品T3

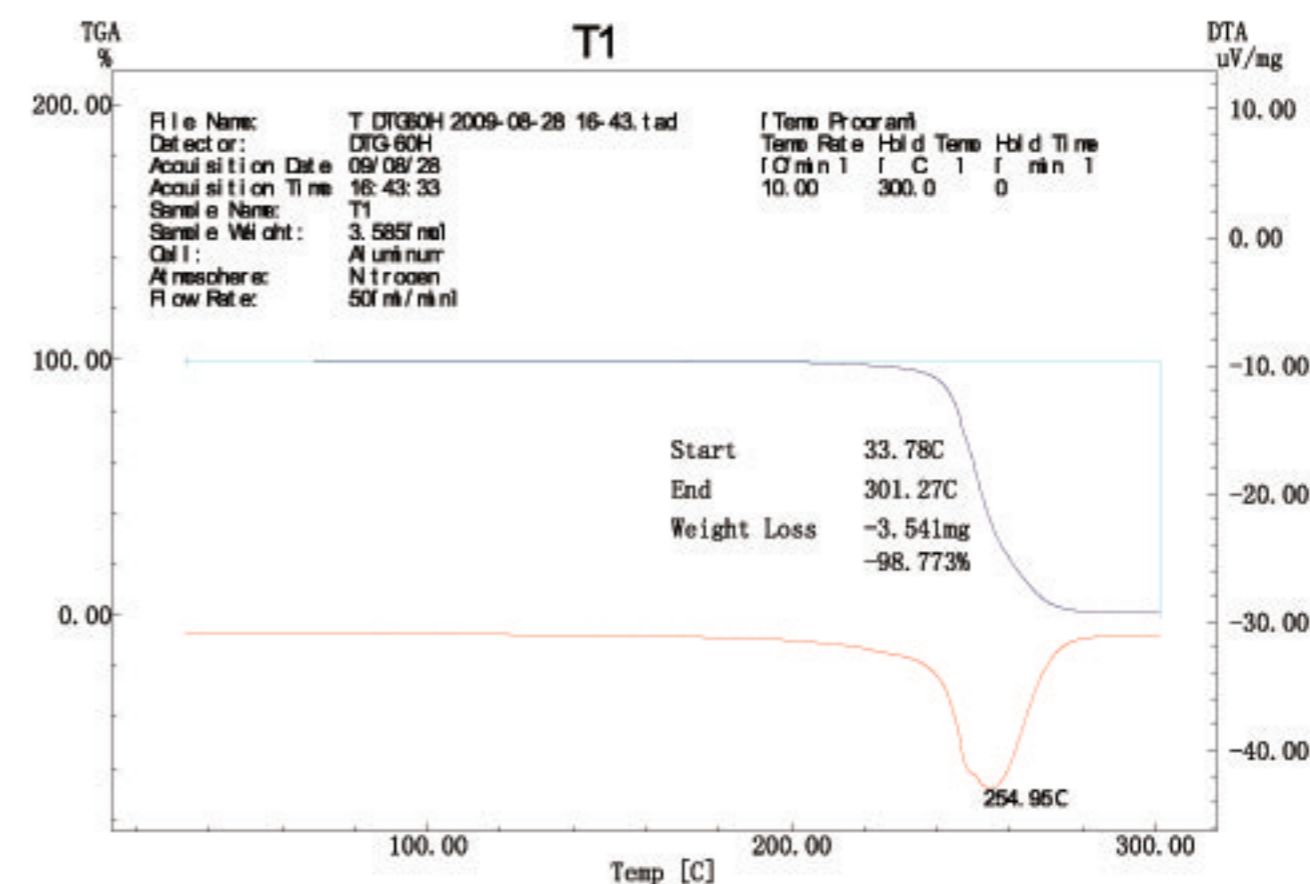


图4 甜菜碱盐酸盐标准样品T1

甜菜碱盐酸盐是一种高效、优质、经济的饲料营养添加剂，广泛应用于畜、禽、水产养殖的诱食促长的营养型添加剂生产中。以下是利用差热热重同时分析仪DTG-60测定甜菜碱盐酸盐样品，并通过比较差热、热重曲线来鉴别样品的实例。

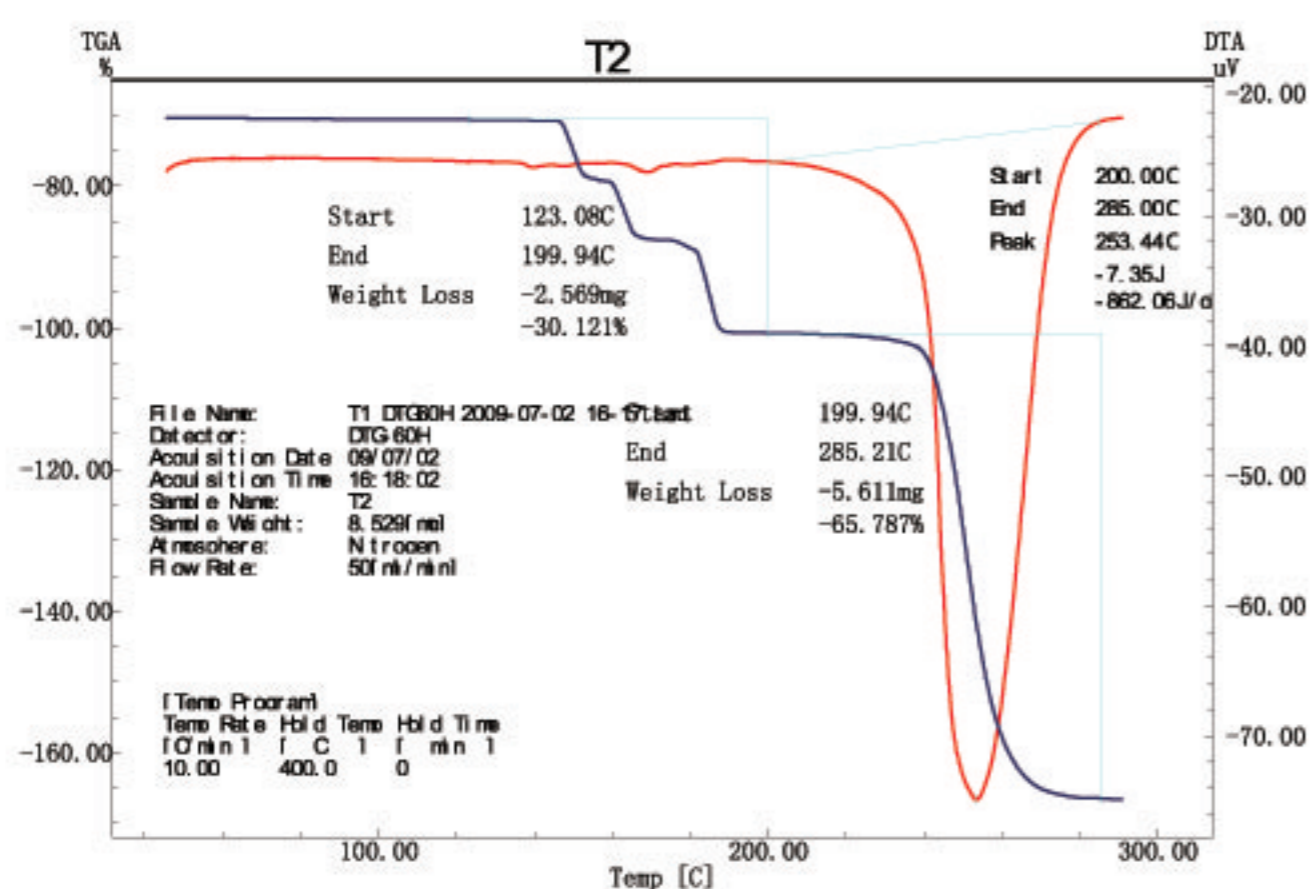


图5 掺假样品T2

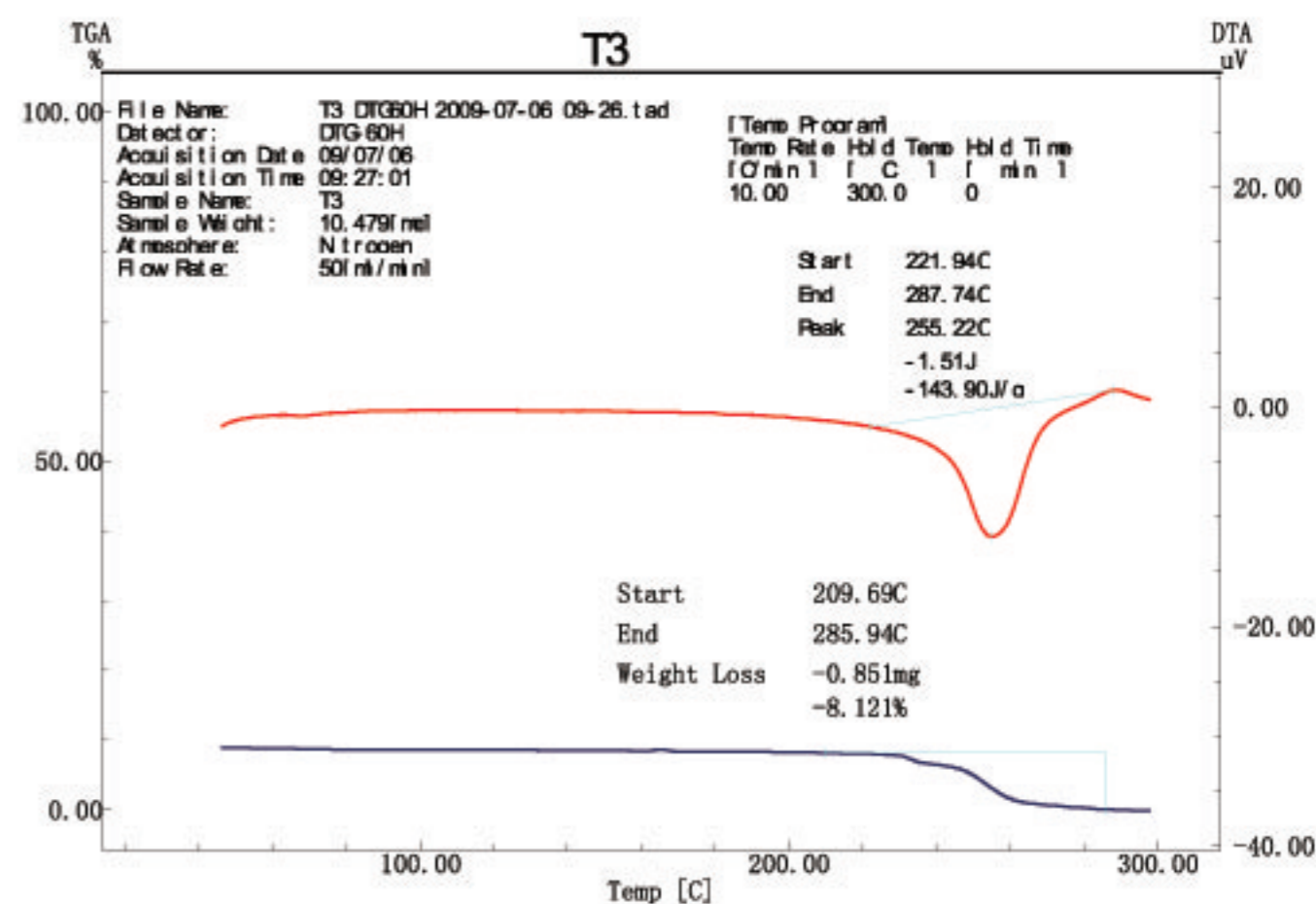


图6 掺假样品T3

结果和讨论

肌醇有固定的熔点和熔融热。通过测定肌醇的标准样品J1，可以观察到：肌醇在226℃左右发生熔融，整个熔融过程吸收266 J/g左右的热量。而在掺假肌醇J2、J3的DSC 曲线上，可以非常明显地看出熔融峰的数量和峰值温度与标准样品相差较大，这说明J2、J3样品是掺假样品。

在甜菜碱盐酸盐样品的测定中，使用热重差热同时分析仪DTG-60，得到热重和差热两条曲线。甜菜碱盐酸盐样品标准样品T1的结果中可以看出，样品在170℃-280℃的温度范围内，绝大部分的样品都发生热失重。同时，在相同温度区间的DTA曲线上可以观察到吸热峰（峰值255℃），说明在氮气环境下，加热到280℃左右，甜菜碱盐酸盐几乎全部热分解。而在掺假样品T2的TGA曲线和DTA曲线上，虽然也可以在相同温度区间内（255℃附近）观察到热失重和吸热峰。但在170℃之前还发生几个阶段的热失重，同时伴有的吸热。这说明此样品中有低沸点的杂质存在。

而在T3的分析结果上，在255℃附近也可以观察到热失重和吸热峰，说明样品中可能含有一部分甜菜碱盐酸盐。但是只有8%左右的热失重，和标准样品近100%的失重量相差太远，说明此样品中纯品的含量很少，很可能含有高熔点的杂质或无机物杂质。

利用DSC-60, DTG-60这两种热分析仪器可以快速有效地对掺假饲料添加剂进行筛选、鉴别。