

# 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2277—2012

---

## 水果蔬菜中有机酸和阴离子的测定 离子色谱法

Determination of organic acids and anions in fruits and vegetables—  
Ion chromatography

2012-12-24 发布

2013-03-01 实施

---



中华人民共和国农业部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：农业部食品质量监督检验测试中心（佳木斯）。

本标准主要起草人：孙明山、户江涛、杨旭、程春芝、段余君、王南云、贺显书、韩国、牛兆红、李琳、赵保成、江德甜。

# 水果蔬菜中有机酸和阴离子的测定

## 离子色谱法

### 1 范围

本标准规定了水果、蔬菜中有机酸和阴离子离子色谱的测定方法。

本标准适用于水果、蔬菜中氯离子、亚硝酸根、硝酸根、硫酸根、磷酸二氢根、苯甲酸、山梨酸、苹果酸、琥珀酸和柠檬酸的测定。

### 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 8855 新鲜水果和蔬菜 取样方法

### 3 原理

试样经超声波仪超声提取后,经过阴离子色谱柱分离,采用离子色谱-电导捕获检测器测定以保留时间定性,外标法定量。

### 4 试剂

除非另有规定,仅使用优级纯或以上试剂,实验用水符合 GB/T 6682 一级水指标。

4.1 氢氧化钾(KOH)。

4.2 氯化钠(NaCl)。

4.3 亚硝酸钠( $\text{NaNO}_2$ )。

4.4 硝酸钠( $\text{NaNO}_3$ )。

4.5 硫酸钾( $\text{K}_2\text{SO}_4$ )。

4.6 磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )。

4.7 山梨酸钾( $\text{C}_6\text{H}_7\text{KO}_2$ )。

4.8 苯甲酸钠( $\text{C}_7\text{H}_5\text{NaO}_2$ )。

4.9 苹果酸( $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_5$ )。

4.10 琥珀酸( $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4$ )。

4.11 柠檬酸( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ )。

4.12 氯离子标准储备溶液:准确称取 1.6485 g 氯化钠(105℃烘干 2 h),用水溶解并定容至 1 000 mL,配制成质量浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液。在 0℃~5℃下保存,有效期为 6 个月。

4.13 亚硝酸根标准储备溶液:准确称取 1.499 7 g 亚硝酸钠(干燥器中干燥 24 h),用水溶解并定容至 1 000 mL,配制成质量浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液。在 0℃~5℃下保存,有效期为 6 个月。

4.14 硝酸根标准储备溶液:准确称取 1.370 8 g 硝酸钠(105℃烘干 2 h),用水溶解并定容至 1 000 mL,配制成质量浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液。在 0℃~5℃下保存,有效期为 6 个月。

4.15 硫酸根标准储备溶液:准确称取 1.814 2 g 硫酸钾(105℃烘干 2 h),用水溶解并定容至 1 000 mL,

配制成质量浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液。在 0℃~5℃ 下保存,有效期为 6 个月。

4.16 磷酸二氢根标准储备溶液:准确称取 1.402 1 g 磷酸二氢钾(干燥器中干燥 24 h),用水溶解并定容至 1 000 mL,配制成质量浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液。在 0℃~5℃ 下保存,有效期为 6 个月。

4.17 山梨酸标准储备溶液:准确称取 1.339 3 g 山梨酸钾(干燥器中干燥 24 h),用水溶解并定容至 1 000 mL,配制成质量浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液。在 0℃~5℃ 下保存,有效期为 6 个月。

4.18 苯甲酸标准储备溶液:准确称取 1.180 3 g 苯甲酸钠(干燥器中干燥 24 h),用水溶解并定容至 1 000 mL,配制成质量浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液。在 0℃~5℃ 下保存,有效期为 6 个月。

4.19 苹果酸标准储备溶液:准确称取 1.000 0 g 苹果酸(干燥器中干燥 24 h),用水溶解并定容至 1 000 mL,配制成质量浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液。在 0℃~5℃ 下保存,有效期为 6 个月。

4.20 琥珀酸标准储备溶液:准确称取 1.000 0 g 琥珀酸(干燥器中干燥 24 h),用水溶解并定容至 1 000 mL,配制成质量浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液。在 0℃~5℃ 下保存,有效期为 6 个月。

4.21 柠檬酸标准储备溶液:准确称取 1.000 0 g 柠檬酸(干燥器中干燥 24 h),用水溶解并定容至 1 000 mL,配制成质量浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液。在 0℃~5℃ 下保存,有效期为 6 个月。

4.22 氢氧化钾溶液(5 mol/L):称取 28.0 g 氢氧化钾用水溶解,定容至 100 mL。

4.23 氢氧化钾淋洗液(18 mmol/L):称取 1.008 g 氢氧化钾,用水溶解,定容至 1 000 mL。

4.24 氢氧化钾淋洗液(40 mmol/L):称取 2.240 g 氢氧化钾,用水溶解,定容至 1 000 mL。

#### 4.25 标准工作溶液

准确吸取一定量的标准储备溶液,加 0.5 mL 氢氧化钾溶液(4.22),用水稀释定容,阴离子系列质量浓度依次为 0.1 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L 和 10.0 mg/L;有机酸系列质量浓度依次为 0.5 mg/L、2.5 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、25.0 mg/L 和 50.0 mg/L。在 0℃~5℃ 下保存,有效期为三周。

## 5 仪器

5.1 离子色谱仪:配备电导检测器。

5.2 分析天平:感量 0.001 g、0.000 1 g。

5.3 超声波仪。

5.4 旋涡混合器。

5.5 0.22 μm 水相滤膜针头滤器。

## 6 分析步骤

### 6.1 试样制备

按照 GB/T 8855 的规定抽取蔬菜、水果样品,取可食部分,经缩分后,将其切碎,充分混匀后放入食品加工器中粉碎,制成待测试样。

### 6.2 提取

称取 5 g(精确至 0.001 g)试样于 100 mL 烧杯中,加入 80 mL 水,放入超声波仪中,超声处理 30 min,转移至 100 mL 容量瓶中,用水定容,充分混匀,过 0.22 μm 水相滤膜,待测。

### 6.3 测定

#### 6.3.1 仪器条件

色谱柱:高容量阴离子交换柱,如 AS19 或其他性能相当的色谱柱。

柱温:30℃。

进样量:25 μL。

流动相：以氢氧化钾溶液作为淋洗液，流速 1.0 mL/min；采用浓度梯度淋洗程序见表 1。

表 1 氢氧化钾浓度梯度淋洗程序

步骤	时间 min	氢氧化钾浓度 mmol/L	抑制器电流 mA
1	0.0	18.0	99
2	16.0	18.0	99
3	17.0	40.0	99
4	26.0	40.0	99
5	26.1	18.0	99
6	30.0	18.0	99

6.3.2 标准曲线绘制

以标准系列溶液质量浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

6.3.3 试液测定

以保留时间进行定性分析，以试液和标准工作溶液的峰面积比较定量。

7 结果计算

试样中有机酸和阴离子含量以质量分数  $X$  计，数值以毫克每千克(mg/kg)表示，按式(1)计算。

$$X = \frac{\rho \times V \times 1000}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\rho$ ——由线形回归方程求得试液中待测组分的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

$V$ ——定容体积，单位为毫升(mL)；

$m$ ——试样质量，单位为克(g)。

计算结果扣除空白值，测定结果用二次平行测定的算术平均值表示，保留三位有效数字。

8 精密度

重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于算术平均值的 10%。

再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于算术平均值的 15%。

9 其他

本标准方法检出限为：2.0 mg/kg~9.0 mg/kg(参见附录 B)。

附录 A  
(资料性附录)  
有机酸和阴离子的离子色谱图

有机酸和阴离子色谱图见图 A.1。

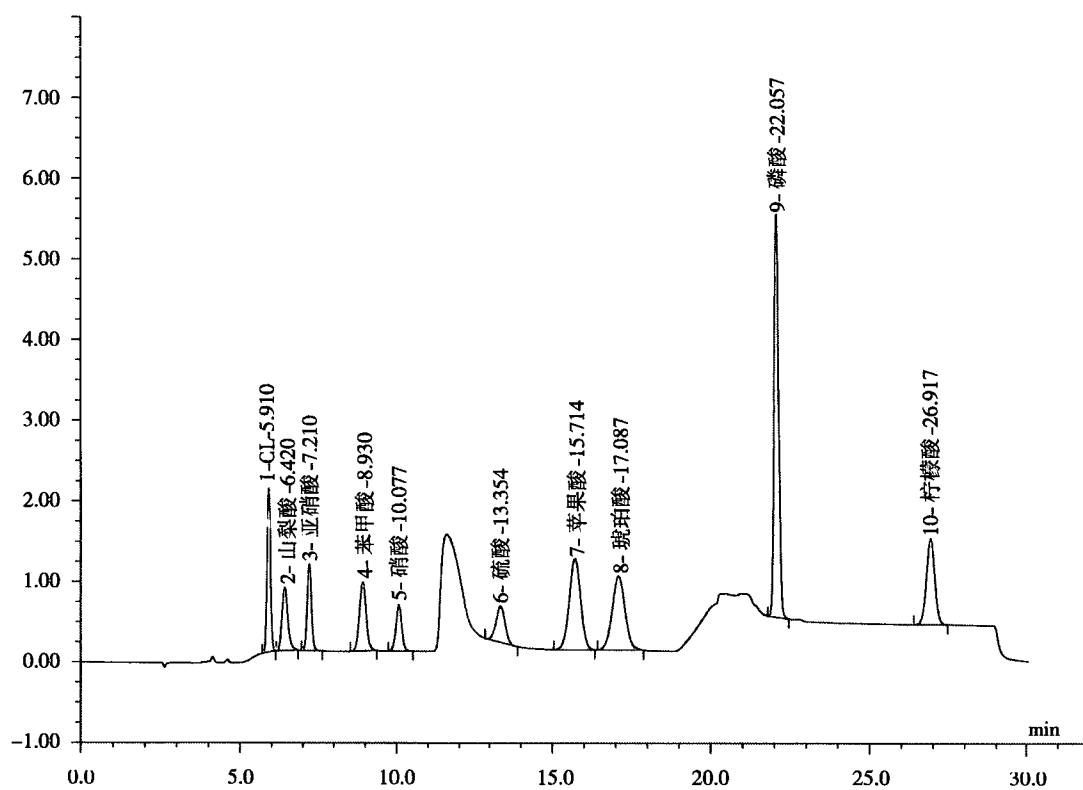


图 A.1 有机酸和阴离子色谱图

**附 录 B**  
(资料性附录)  
**有机酸和阴离子方法检出限**

有机酸和阴离子方法检出限见表 B. 1。

**表 B. 1 有机酸和阴离子检测参考数据一览表**

序号	名称	保留时间 min	方法检出限 mg/kg	序号	名称	保留时间 min	方法检出限 mg/kg
1	氯离子	5.910	2.0	6	山梨酸	6.420	9.0
2	亚硝酸根	7.210	2.0	7	苯甲酸	8.930	9.0
3	硝酸根	10.077	2.0	8	苹果酸	15.714	7.0
4	硫酸根	13.354	2.0	9	琥珀酸	17.087	7.0
5	磷酸二氢根	22.057	2.0	10	柠檬酸	26.917	7.0