



中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2796—2015

水果中有机酸的测定 离子色谱法

Determination of organic acid in fruits—Ion chromatography

2015-05-21 发布

2015-08-01 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—2009 给出的规则起草。

本标准由农业部加工局提出。

本标准由农业部农产品加工标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：农业部果品及苗木质量监督检验测试中心（郑州）、中国农业科学院郑州果树研究所。

本标准主要起草人：方金豹、庞荣丽、谢汉忠、郭琳琳、李君、罗静、黄玉南。

水果中有机酸的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了新鲜水果中有机酸(柠檬酸、苹果酸、酒石酸和琥珀酸)含量的离子色谱测定方法。

本标准适用于新鲜水果中有机酸(柠檬酸、苹果酸、酒石酸和琥珀酸)含量的测定。

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

试样经乙醇溶液超声提取过滤后,用离子色谱柱进行分离,用离子色谱仪—电导检测器测定,以保留时间定性,标准曲线法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用优级纯或以上试剂,实验用水符合 GB/T 6682 的一级水指标。

4.1 试剂的配制

4.1.1 无水乙醇(C_2H_6O)。

4.1.2 硫酸(H_2SO_4)。

4.1.3 乙醇溶液(1+9):量取 100 mL 无水乙醇与 900 mL 水混匀。

4.1.4 硫酸溶液 I (0.5 mol/L):准确吸取 13.6 mL 硫酸,缓缓注入事先加有 200 mL 水的烧杯中,混匀并冷却后转移到 500 mL 容量瓶中,用水定容。

4.1.5 硫酸溶液 II (0.005 mol/L):准确吸取 0.5 mol/L 硫酸溶液 I (4.1.4) 10 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释,用水定容。

4.1.6 氯化锂溶液(0.1 mol/L):称取 2.12 g 氯化锂于 50 mL 烧杯中,用水溶解,转移到 500 mL 容量瓶中,用水定容。

4.2 标准品

4.2.1 柠檬酸标准品(纯度 $\geq 99.0\%$)。

4.2.2 苹果酸标准品(纯度 $\geq 99.0\%$)。

4.2.3 酒石酸标准品(纯度 $\geq 99.0\%$)。

4.2.4 琥珀酸标准品(纯度 $\geq 99.0\%$)。

4.3 标准储备液

4.3.1 柠檬酸标准储备液(4.00 g/L):准确称取 0.400 0 g 柠檬酸(干燥器中干燥 24 h)于 100 mL 烧杯中,用水溶解,转移到 100 mL 容量瓶中,用水定容。在 $0^{\circ}C \sim 5^{\circ}C$ 下保存,有效期 3 个月。

4.3.2 苹果酸标准储备液(2.00 g/L):准确称取 0.200 0 g 苹果酸(干燥器中干燥 24 h)于 100 mL 烧杯中,用水溶解,转移到 100 mL 容量瓶中,用水定容。在 $0^{\circ}C \sim 5^{\circ}C$ 下保存,有效期 3 个月。

4.3.3 酒石酸标准储备液(2.00 g/L):准确称取 0.200 0 g 酒石酸(干燥器中干燥 24 h)于 100 mL 烧杯中,用水溶解,转移到 100 mL 容量瓶中,用水定容。在 0℃~5℃下保存,有效期 3 个月。

4.3.4 琥珀酸标准储备液(1.00 g/L):准确称取琥珀酸 0.100 0 g(干燥器中干燥 24 h)于 100 mL 烧杯中,用水溶解,转移到 100 mL 容量瓶中,用水定容。在 0℃~5℃下保存,有效期 3 个月。

4.4 标准工作溶液:分别准确吸取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 有机酸标准储备液(4.3),于 50 mL 容量瓶中,用乙醇溶液(4.1.3)稀释定容,即得有机酸混合系列标准工作溶液。柠檬酸质量浓度分别为 0.00 g/L、0.08 g/L、0.16 g/L、0.24 g/L、0.32 g/L、0.40 g/L,苹果酸和酒石酸质量浓度分别为 0.00 g/L、0.04 g/L、0.06 g/L、0.12 g/L、0.16 g/L、0.20 g/L,琥珀酸质量浓度分别为 0.00 g/L、0.02 g/L、0.04 g/L、0.06 g/L、0.08 g/L、0.10 g/L。

5 仪器和设备

5.1 离子色谱仪:配电导检测器。

5.2 分析天平:感量 ± 0.01 g、 ± 0.001 g 和 $\pm 0.000 1$ g。

5.3 组织捣碎机。

5.4 超声波提取器。

5.5 溶剂过滤器:0.45 μ m 水性滤膜。

5.6 针头过滤器:0.22 μ m 水性滤膜。

6 分析步骤

6.1 试样制备

按照 GB/T 8855 的规定抽取水果样品,取可食部分,经缩分后,将其切碎,充分混匀后放入组织捣碎机中制成匀浆。将匀浆后的试样取 500 g 装入样品瓶中冷冻保存。

6.2 提取和净化

称取试样 2.0 g~5.0 g(精确至 0.001 g)于 150 mL 三角瓶中,加入约 80 mL 乙醇溶液(4.1.3),摇匀后置超声波提取器中提取 30 min,然后转移至 100 mL 容量瓶中,用乙醇溶液(4.1.3)定容,过 0.22 μ m 水性滤膜针头过滤器,供离子色谱分析用。

6.3 仪器参考条件

6.3.1 离子色谱柱:ICSep COREGEL-64H,7.8 mm \times 300 mm,或其他性能相当的色谱柱。

6.3.2 柱温:65℃。

6.3.3 流速:0.60 mL/min。

6.3.4 进样体积:20 μ L。

6.3.5 淋洗液:硫酸溶液 II(4.1.5),临用前过溶剂过滤器。

6.3.6 抑制器再生液:浓度为 0.1 mol/L 的氯化锂溶液(4.1.6),临用前过溶剂过滤器。

6.4 标准工作曲线

将有机酸混合系列标准工作溶液(4.4)经 0.22 μ m 水性滤膜针头过滤器过滤后按 6.3 进行测定。以质量浓度为横坐标,以峰高或峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。有机酸标准溶液色谱图参见附录 A。

6.5 测定

在相同工作条件下,以保留时间定性,以峰高或峰面积比较定量。试样溶液中柠檬酸、酒石酸、苹果酸和琥珀酸峰高或峰面积超过有机酸混合标准工作溶液最高点时,则将待测液稀释后重新测定。

6.6 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样操作步骤进行。

7 结果计算

试样中柠檬酸、酒石酸、苹果酸和琥珀酸的含量以质量分数 ω 计,数值以克每千克(g/kg)表示,按式(1)计算。

$$\omega = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——待测液中柠檬酸、酒石酸、苹果酸和琥珀酸的质量浓度,单位为克每升(g/L);

ρ_0 ——试剂空白液中柠檬酸、酒石酸、苹果酸和琥珀酸的质量浓度,单位为克每升(g/L);

V ——待测液定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

若待测液经过稀释,则计算时加入稀释倍数,计算结果保留三位有效数字。

8 精密度

8.1 重复性

在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这两次测定值的算术平均值的 10%。

8.2 再现性

在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这两次测定值的算术平均值的 10%。

9 其他

本标准方法线性范围:柠檬酸 0.000 3 g/L~0.40 g/L、苹果酸 0.000 2 g/L~0.20 g/L、酒石酸 0.000 2 g/L~0.20 g/L、琥珀酸 0.000 3 g/L~0.10 g/L。

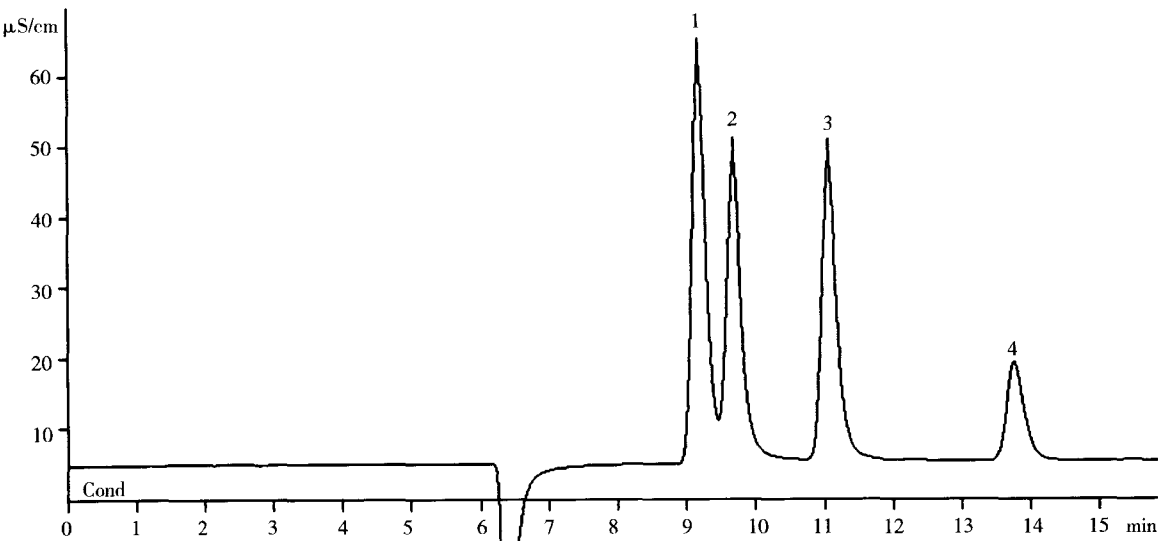
本标准方法检出限:柠檬酸、苹果酸、酒石酸和琥珀酸检出限均为 0.006 g/kg。

附 录 A

(资料性附录)

柠檬酸、酒石酸、苹果酸和琥珀酸混合标准溶液色谱图

柠檬酸、酒石酸、苹果酸和琥珀酸混合标准溶液色谱图见图 A. 1。



说明：

1——柠檬酸；

3——苹果酸；

2——酒石酸；

4——琥珀酸。

图 A. 1 0.16 g/L 柠檬酸、0.08 g/L 酒石酸、0.08 g/L 苹果酸、0.04 g/L 琥珀酸混合标准溶液色谱图