

T B

团体标准

T/ NAIA×××-××××

枸杞及其制品中 3 种有机酸的测定 气相色谱法

2024 × ×-× ×发布

2024 × ×-× ×实施

宁夏化学分析测试协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏回族自治区食品检测研究院（国家市场监管重点实验室（枸杞和葡萄酒质量安全））、宁夏回族自治区标准化研究院、宁夏化学分析测试协会、宁夏农产品质量标准与检测技术研究所。

本文件主要起草人：王紫昕、刘继辉、李瑞雪、王泽岚、谢芳、高琳、吴明、吕毅、马桂娟、王香瑜、葛谦、张小飞。本文件为首次发布。

枸杞及其制品中 3 种有机酸的测定 气相色谱法

1 范围

本文件规定了枸杞中 3 种有机酸含量的气相色谱测定方法。
本文件适用于枸杞中琥珀酸、苹果酸、柠檬酸含量的测定和确证。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用本文件；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。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品经硫酸-甲醇溶液甲脂化衍生后，衍生产物经二氯甲烷萃取后进行气相色谱测定，外标法定量。

5 试剂和材料

除另有说明，所用试剂均为分析纯，水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 浓硫酸(H_2SO_4)：分析纯。

5.1.2 甲醇(CH_3OH)：色谱纯。

5.1.3 二氯甲烷(CH_2Cl_2)：色谱纯。

5.2 溶液配制

5.2.1 10% 硫酸-甲醇溶液：准确量取 10.0mL 浓硫酸，缓慢加入到 90mL 甲醇溶液中，并搅拌。

5.3 标准品

琥珀酸标准物质：纯度均不低于 95%，基本内容见附录 A。

苹果酸标准物质：纯度均不低于 95%，基本内容见附录 A。

柠檬酸标准物质：纯度均不低于 95%，基本内容见附录 A。

5.4 标准溶液制备

5.4.1 琥珀酸标准储备液（25 mg/mL）：准确称取适量的标准物质（5.3），用水溶解并定容至 10 mL 容量瓶中，制备浓度为 25mg/mL 的琥珀酸标准储备液。

5.4.2 苹果酸标准储备液（25 mg/mL）：准确称取适量的标准物质（5.3），用水溶解并定

容至 10 mL 容量瓶中，制备浓度为 25 mg/mL 的标准储备液。

5.4.3 柠檬酸标准储备液（25 mg/mL）：准确称取适量的标准物质（5.3），用水溶解并定容至 10 mL 容量瓶中，制备浓度为 25 mg/mL 的标准储备液。

5.4.4 混合标准工作曲线：分别移取 0.02mL、0.04mL、0.08mL、0.20mL、0.40mL、0.80mL 的 3 种标准储备液于 10.0mL 容量瓶中（5.4.1），用 10 %硫酸-甲醇溶液定容至刻度，配制成浓度为 0.05mg/mL、0.10mg/mL、0.20mg/mL、0.50mg/mL、1.0mg/mL、2.0mg/mL 的混合标准工作曲线。静止 22 h 后，转移至 50 mL 刻度离心管，加入 10mL 纯水、10 mL 二氯甲烷涡旋提取 2 min，离心，取下层有机相过滤膜上机测定。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器（FID）。

6.2 分析天平：感量为 0.00001 g 和 0.01 g。

6.3 高速离心机：15000 r/min。

6.4 涡旋混合器。

6.5 具塞塑料刻度离心管：50 mL。

6.6 微孔滤膜（有机相）：0.22 μm。

7 分析步骤

7.1 试样制备

枸杞随机取样 500 g，粉碎后充分混匀，放入聚乙烯瓶中或袋中。

7.2 样品前处理

称取 0.5 g 试样于 50 mL 刻度离心管中，用 10 mL 10 %硫酸-甲醇溶液，盖上瓶盖静置 22 h，加入 10 mL 水，10 mL 二氯甲烷，涡旋混匀，离心 5 min，取下层液体过 0.22 μm 滤膜后上机测定。

7.3 仪器参考条件

7.3.1 气相色谱参考条件

- a) 毛细管柱：HP-5（30 m×320 μm×0.25 μm），或相当者；
- b) 载气：高纯氮；
- c) 进样量：1 μL；
- d) 流速：1.0 mL/min；
- e) 进样模式：分流进样；
- f) 分流比：2:1；
- g) 进样口温度：260℃；
- h) 检测器温度：300℃；
- i) 程序升温条件见表 1。

表 1 程序升温条件

速率℃/min	数值℃	保持时间（min）
0.0	80	2
10	180	2
15	260	10

7.4 空白试验

除不加试样外，采用相同的测定步骤进行操作。

8 结果计算和表述

试样中有机酸各组分含量按标准曲线法或按公式（1）计算获得，计算结果应扣除空白值，并保留两位有效数字。

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

式中：

X —试样中有机酸的含量，单位为克/千克（g/kg）；

C —从标准曲线得到的试样中有机酸的浓度，单位为微克/毫升（mg/mL）；

V —试样定容体积，单位为毫升（mL）；

m —称取试样的质量；

9 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的 10%。

10 其他

当取样量为 0.5 g 时，琥珀酸、苹果酸、柠檬酸检出限均为 0.2 g/kg。定量限为 0.6 g/kg。

附录 A
(资料性)

标准物质中英文通用名称、化学分子式和 CAS 号

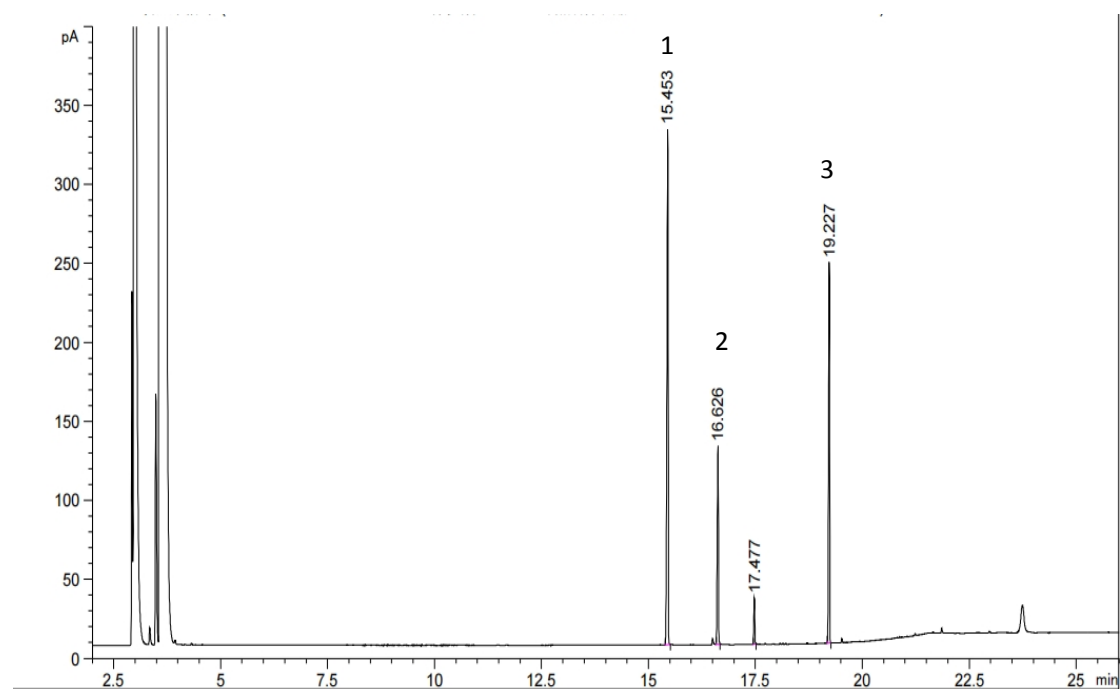
标准物质中英文通用名称、化学分子式和 CAS 号见表 A.1。

表 A.1 标准物质中英文通用名称、化学分子式和 CAS 号

中文名称	英文名称	化学分子式	CAS 号
琥珀酸	Succinic acid	C ₄ H ₆ O ₄	110-15-6
苹果酸	Malic acid	C ₄ H ₆ O ₅	97-67-6
柠檬酸	Citric Acid	C ₆ H ₈ O ₇	77-92-9

附录 B
(资料性)
3 种有机酸标准溶液色谱图

3 种有机酸标准溶液色谱图见图 B. 1。



标引序号说明:

1 ——琥珀酸;

2 ——苹果酸;

3 ——柠檬酸;

图 B. 1 3 种有机酸标准溶液色谱图