

ICS 67.050
B20

团体标准

T/ NAIA XXX—2023

葡萄酒中多种有机酸的测定 高效液相色谱法

Determination of many organic acids in wine by HPLC

2023-XX-XX 发布

2023-XX-XX 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》规定编写。

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））、宁夏工商职业技术学院、宁夏回族自治区食品质量监督检验二站、银川海关技术中心、宁夏化学分析测试协会

本文件主要起草人：

本标准于 2023 年 XX 月 XX 日首次发布。

葡萄酒中多种有机酸的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了葡萄酒中柠檬酸、酒石酸、D-苹果酸、琥珀酸、乳酸、乙酸的液相色谱检测方法。本文件适用于葡萄酒中柠檬酸、酒石酸、D-苹果酸、琥珀酸、乳酸、乙酸的测定和确证。

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实验方法

GB 5009.157 食品中有机酸的测定

SN/T 4675.5 出口葡萄酒中有机酸的测定 离子色谱法

GB/T 15038 葡萄酒、果酒通用分析方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

试样直接用水稀释后，经反相色谱柱分离，以保留时间定性，供高效液相色谱仪测定和确证，外标法定量。

5 试剂和材料

本方法所用的试剂，除另有规定外，均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 甲醇：色谱纯。

5.1.2 磷酸：分析纯。

5.1.3 磷酸二氢钾：分析纯。

5.1.4 0.02mol/L 磷酸二氢钾水溶液：准确称取 2.72g 磷酸二氢钾，用水定容至 1000mL，磷酸调 pH2.6，混匀，微孔滤膜过滤。

5.2 标准品

5.2.1 标准品：柠檬酸（Citric Acid, CAS 号 77-92-9, $C_6H_8O_7$ ）、酒石酸（Tartaric acid, CAS 号 133-37-9, $C_4H_6O_6$ ）、D-苹果酸（D-malic acid, CAS 号 636-61-3, $C_4H_6O_5$ ）、琥珀酸（Succinic Acid, CAS 号 110-15-6, $C_4H_6O_4$ ）、乳酸（lactic acid, CAS 号 50-21-5, $C_3H_6O_3$ ）、乙酸（Acetic Acid, CAS 号 64-19-7, CH_3COOH ），纯度均 $\geq 99\%$ 。

5.2.2 标准储备液：准确称取适量的标准品，用水配制成浓度为 1.0g/L 的标准储备溶液，4℃ 保存，有效期一个月。

5.2.3 标准工作液：分别吸取混合标准中间液 10 μ L，20 μ L，50 μ L，100 μ L，200 μ L，400 μ L，500 μ L 用水定容至 1.0mL，制成最终浓度为：0.01g/L、0.02g/L、0.05g/L、0.10g/L、0.20g/L、0.40g/L、0.50g/L 标准系列工作溶液，临用现配。

6 仪器和设备

6.1 高效液相色谱仪(HPLC)：带二极管阵列检测器或紫外检测器。

6.2 分析天平：感量 0.1mg 和 0.01g。

6.3 高速均质器。

6.4 超声波清洗器。

6.5 水相型微孔滤膜：孔径 0.45 μ m。

6.6 涡旋混合器。

7 分析步骤

7.1 试样制备

取代表性样品摇匀分装，密闭常温或冷藏保存。

7.2 试样的提取

称取试样 10.0g（精确到 0.01g）置于 100mL 容量瓶中，加水定容至刻度，混匀，经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤后，上机待测。

7.3 仪器参考条件

7.3.1 色谱柱：SB-Aq 色谱柱，4.6*250mm，5 μ m，或性能相当者。

7.3.2 流动相：0.02mol/L 磷酸二氢钾水溶液。

7.3.3 流速：0.5mL/min。

7.3.4 检测波长：210nm。

7.3.5 进样量：20 μ L。

7.3.6 柱温：30℃。

7.4 标准曲线的制作

将标准曲线工作液按浓度由低到高的顺序各取 20 μ L 分别注入液相色谱仪，测定相应的峰面积，以标准曲线工作液的质量浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

7.5 试样溶液的测定

将试样溶液注入液相色谱仪中，得到峰面积，根据标准曲线得到待测液中有机酸的质量浓度。在上述条件下，有机酸的色谱图参见附录 A 种图 1。

8 分析结果的表述

试样中有机酸含量按式（1）进行计算：

$$X = \frac{c \times v \times 1000}{m \times 1000} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

X ——样本中有机酸含量，单位为克每千克（g/kg）；

C ——测定溶液浓度，单位为克每升（g/L）；

V ——样本溶液提取溶液体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样质量，单位为克（g）。

注：测定结果用平行测定的算数平均值表示，保留三位有效数字。

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得超过算术平均值的 10%。

10 检出限

当称样量为 10g，定容体积为 100mL，方法的检出限为 0.01g/kg。

附录 A
(资料性附录)

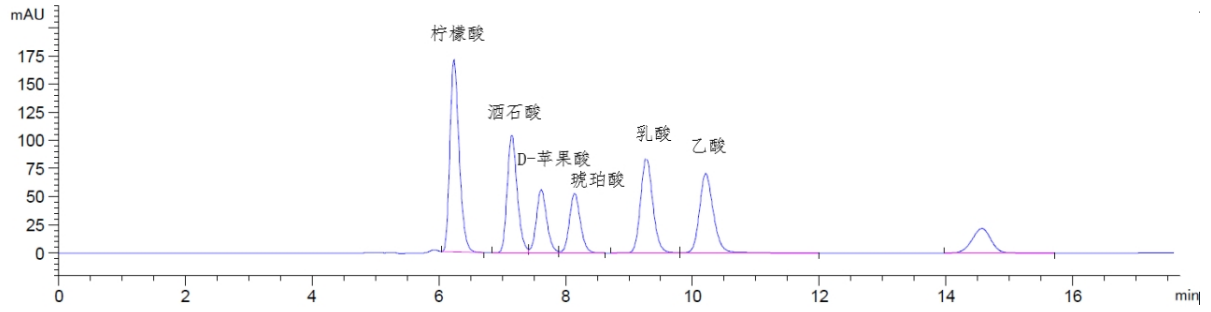


图 A.1 柠檬酸、酒石酸、D-苹果酸、琥珀酸、乳酸、乙酸的色谱图