ICS 67.080.10

X24

团　体　标　准

T/JAASS xx—2023

水果制品中 5 种糠醛类物质的测定 液相色谱法

Determination of 5 furfurals in fruit products
Liquid chromatographic method

（征求意见稿）

2023 -06 -01 发布　　2023 - 08 -01 实施

江苏省农学会　发布

目　　次

前　　言 2
1　范围 3
2　规范性引用文件 3
3　原理 3
4　试剂和材料 3
5　仪器和设备 3
6　试样制备与保存 4
7　测定步骤 4
8　结果计算 5
9　检出限、定量限、回收率和精密度 5
附 录 A 6
附 录 B 7

前　　言

本文件按 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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由江苏省农学会提出并归口。

本文件起草单位：江苏省农业科学院农产品质量安全与营养研究所。

本文件主要起草人：梁颖，高庆超，李亚辉，施露，林梦桦，张志勇。

水果制品中 5 种糠醛类物质的测定　液相色谱法

1　范围

本文件规定了水果制品中5种糠醛类物质检测的试样处理和液相色谱测定方法。

本文件适用于水果罐头、醋（油）或盐渍水果、果酱（泥）、蜜饯凉果（包括果丹皮）、发酵的水果制品、煮熟的或油炸的水果、水果甜品以及其他水果制品中5-羟甲基糠醛、糠醛、呋喃酮、2-乙酰呋喃和5-甲基糠醛单种或多种糠醛类物质的测定。

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

3　原理

试样中的糠醛类物质，经甲醇提取，反相色谱柱分离，液相色谱仪紫外检测器测定，保留时间定性，外标法定量。

4　试剂和材料

以下所用试剂，除特殊注明外，均为分析纯试剂，水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇（CH_3OH）：色谱纯

4.2 甲酸（CH_2O_2）：色谱纯

4.3 甲酸水溶液（0.1%）：量取 1 mL 甲酸，加入到 1000 mL 的容量瓶中，用水定容至刻度。

4.4 标准品：5-羟甲基糠醛（5-Hydroxymethylfurfural, $C_6H_6O_3$, CAS: 67-47-0）；糠醛（Furfural, $C_5H_4O_2$, CAS: 98-01-1）；呋喃酮（Furaneol, $C_6H_8O_3$, CAS: 3658-77-3）；2-乙酰呋喃（2-Acetylfuran, $C_6H_6O_2$, CAS: 1192-62-7）；5-甲基糠醛（5-Methylfurfural, $C_6H_6O_2$, CAS: 620-02-0）；纯度≥98%。

4.5 标准储备液：分别准确称取 5-羟甲基糠醛、糠醛、呋喃酮、2-乙酰呋喃、5-甲基糠醛标准品 10 mg（精确至 0.1 mg）于 10 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并定容，配制成浓度为 1000 mg/L 的标准储备液，置于 4 ℃下保存，有效期 2 个月。

4.6 混合标准工作液：分别量取不同体积的糠醛类物质标准储备液（4.5）于 10 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，配制成浓度分别为 0.1、0.2、0.5、1、2、5、10、20、50、100 mg/L 的混合标准工作液。现配现用。

4.7 滤膜：0.45 μm 有机相滤膜。

5　仪器和设备

5.1 液相色谱仪：配有紫外检测器。

5.2 分析天平：感量 0.1 mg 和感量 0.01 g。

5.3 超声波清洗器：400W，40KHz。

5.4 均质器。

5.5 涡旋振荡器。

5.6 离心机。

5.7 氮吹仪。

6 试样制备与保存

6.1 试样制备

将所取样品缩分出 1 kg，固体样品切碎后经均质器均质混匀，液体样品经涡旋振荡器混匀，均分为两份，装入洁净容器内，作为试样密封并标明标记。

6.2 试样保存

将试样于-18 ℃以下保存。

在抽样和制样的操作过程中，应防止样品受到污染或发生糠醛类物质含量的变化。

7 测定步骤

7.1 提取及净化

称取试样 5.0 g（精确至 0.01 g）于 50 mL 具塞离心管中，加入 15 mL 甲醇，涡旋混匀，超声提取 20 min，10000 r/min 离心 10 min，取上清液 10 mL 于 15 mL 带刻度试管中，氮吹至近干，再用甲醇溶解并定容至 2 mL，0.45 μm 滤膜过滤，供液相色谱仪测定。

7.2 测定

7.2.1 液相色谱参考条件

色谱柱：C_{18} 柱（4.6×250 mm，粒径 5 μm），或相当者。

流动相： 0.1%甲酸水+甲醇，梯度洗脱条件见表 1。

流速：1 mL/min。

柱温：35 ℃。

进样量：10 μL。

检测波长：285 nm。

表 1 梯度洗脱条件

时间/min	0.1%甲酸水/%	甲醇/%	备注
0	85	15	分析
2	85	15	分析
14.5	65	35	分析
14.6	10	90	洗柱
17.00	10	90	洗柱
17.01	85	15	平衡
25.00	85	15	平衡

7.2.2 标准曲线绘制

取不同浓度的混合标准工作液，供液相色谱仪测定，以测得的峰面积为纵坐标，对应的混合标准工作液浓度为横坐标，绘制标准曲线，求回归方程和相关系数。5 种糠醛类物质标

准溶液色谱图参见附录 A 中图 A.1。

7.2.3 液相色谱测定

按照保留时间进行定性，样品与标准品保留时间的相对偏差不大于 2%。待测样液中糠醛类物质的响应值应在标准曲线线性范围内，超过线性范围则应稀释后再进样分析，外标法定量。

7.2.4 空白试验

不加试样的空白试验应采用与试样测定完全相同的试剂、设备和步骤进行。

8 结果计算

试样中糠醛类物质的含量按式（1）进行计算：

$$X = \frac{c}{D} \times \frac{V}{m} \times \frac{1000}{1000} \qquad \text{……（1）}$$

式中：

X —— 试样中糠醛类物质的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c ——从标准曲线上得到的被测组分的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

D —— 浓缩倍数，5 倍；

V —— 样液最终定容体积，单位为毫升（mL）；

m —— 试样质量，单位为克（g）。

注：计算结果应扣除空白值，测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留两位有效数字。

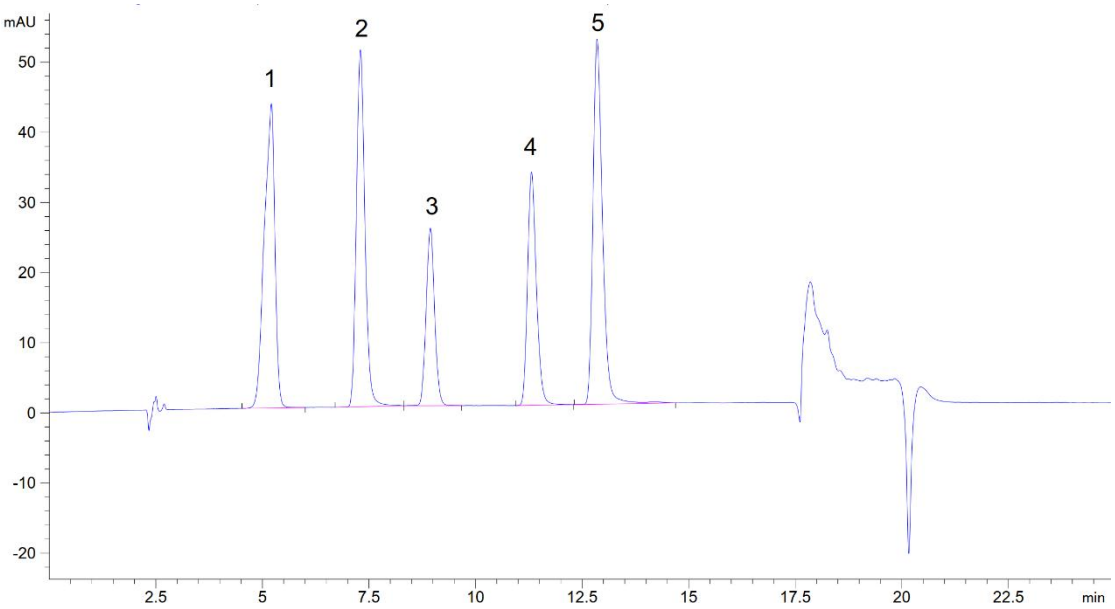
9 检出限、定量限、回收率和精密度

本方法中糠醛类物质的检出限、定量限、回收率和精密度应符合附录 B 中表 B.1 的要求。

附 录 A

（资料性附录）

5 种糠醛类物质标准品液相色谱图



注：1：5-羟甲基糠醛；2：糠醛；3：呋喃酮；4：2-乙酰呋喃；5：5-甲基糠醛。

图 A.1　5 种糠醛类物质标准品（10 mg/L）液相色谱图

附 录 B

（规范性附录）

5 种糠醛类物质的检出限、定量限、回收率和精密度实验数据

表 B.1　5 种糠醛类物质的检出限、定量限、回收率和精密度实验数据（苹果泥样品）

糠醛类物质	检出限 mg/kg	定量限 mg/kg	添加水平 mg/kg	平均回收率 %	实验室内 相对标准偏差 %	实验室间 相对标准偏差 %
5-羟甲基糠醛	0.0125	0.15	1	107.6	3.0	7.6
			5	104.0	1.8	5.5
			10	100.5	1.7	4.3
糠醛	0.0125	0.1	1	105.1	3.1	9.8
			5	108.9	2.9	5.0
			10	101.9	1.7	2.3
呋喃酮	0.1	0.2	1	95.8	4.4	7.5
			5	97.7	3.1	6.8
			10	98.5	2.0	4.3
2-乙酰呋喃	0.05	0.075	1	109.7	3.9	8.8
			5	92.7	3.2	7.8
			10	99.0	2.5	5.7
5-甲基糠醛	0.025	0.1	1	100.1	4.5	6.2
			5	99.4	3.4	5.5
			10	99.8	1.7	4.6