ICS 67.080.10
CCS B 31

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 3943—2021

水果中葡萄糖、果糖、蔗糖和山梨醇的测定　离子色谱法

Determination of glucose, fructose, sucrose and sorbitol in fruits by ion chromatography method

2021-11-09 发布　　2022-05-01 实施

中华人民共和国农业农村部 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》和GB/T 20001.4—2015《标准编制规则　第4部分:试验方法标准》的规定起草。

请注意本文件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。

本文件由农业农村部种植业管理司提出。

本文件由全国果品标准化技术委员会(SAC/TC 501)归口。

本文件起草单位:中国农业科学院果树研究所、青岛农业大学、青岛市现代农业质量与安全工程重点实验室、山东农业工程学院。

本文件主要起草人:聂继云、匡立学、李静、张建一、高贯威、李银萍、李海飞、秦旭。

水果中葡萄糖、果糖、蔗糖和山梨醇的测定　离子色谱法

1　范围

本文件规定了水果中葡萄糖、果糖、蔗糖和山梨醇测定的离子色谱法。

本文件适用于水果中葡萄糖、果糖、蔗糖和山梨醇的含量测定。

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于本文件；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

试样用甲醇提取，经固相萃取小柱净化、稀释，阴离子交换柱分离，脉冲安培检测器测定，保留时间定性，峰面积外标法定量。

5　试剂或材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1　甲醇（CH_4O，CAS号：67-56-1）：色谱纯。

5.2　氢氧化钠溶液（NaOH，50%，质量浓度）：色谱纯。

5.3　200 mmol/L氢氧化钠溶液：准确量取10.4 mL氢氧化钠溶液（5.2），用水定容至1 000 mL。

5.4　葡萄糖（$C_6H_{12}O_6$，CAS号：50-99-7）：纯度为99%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.5　果糖（$C_6H_{12}O_6$，CAS号：57-48-7）：纯度为99%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.6　蔗糖（$C_{12}H_{12}O_6$，CAS号：57-50-1）：纯度为99%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.7　山梨醇（$C_6H_{14}O_6$，CAS号：50-70-4）：纯度为99%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.8　标准储备液（1.0 mg/mL）：分别称取葡萄糖（5.4）、果糖（5.5）、蔗糖（5.6）、山梨醇（5.7）各50 mg（精确至0.1 mg）于4个50 mL容量瓶中，用水溶解并定容，配制成1.0 mg/mL的标准储备液。4 ℃下保存，有效期1个月。

5.9　标准工作溶液：分别量取0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL葡萄糖、果糖、蔗糖标准储备液（5.8）和0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL、1.20 mL山梨醇标准储备液（5.8）于6个100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，配置成4种糖组分的混合标准溶液，混合标准溶液中葡萄糖、果糖、蔗糖的浓度分别为5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、30.0 mg/L、40.0 mg/L、50.0 mg/L，山梨醇的浓度分别为2.0 mg/L、4.0 mg/L、6.0 mg/L、8.0 mg/L、10.0 mg/L、12.0 mg/L。

5.10　固相萃取小柱：反相C_{18}固相萃取小柱，200 mg/6 mL，或性能相当者。

6　仪器设备

6.1　离子色谱仪：脉冲安培检测器，Au工作电极。

6.2　电子天平：感量0.01 g、0.1 mg。

6.3 冷冻研磨仪。

6.4 超声波清洗机:频率不低于 40 kHz。

6.5 离心机:转速不低于 9 000 r/min。

6.6 固相萃取装置。

7 试样的制备

取干净果实代表性的可食部分 250 g,适当切分,液氮冷冻,研磨成粉末,−18 ℃以下储存备用。

8 分析步骤

8.1 试样溶液的制备

称取 5 g(精确至 0.01 g)均匀试样至 50 mL 离心管中,加入 30 mL 甲醇(5.1)混匀,40 kHz 的频率下室温超声提取 20 min,9 000 r/min 离心 15 min,上清液转移至 50 mL 容量瓶中,残渣再用 10 mL 甲醇(5.1)按上述步骤重复提取 1 次,合并 2 次提取液,用甲醇(5.1)定容至刻度,摇匀,得到样品提取液。吸取 1.00 mL 样品提取液于 50 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。依次用 5 mL 甲醇(5.1)和 5 mL 水预淋洗、活化固相萃取小柱(5.10)。吸取 5 mL 稀释后的样品提取液加入活化好的固相萃取小柱中过滤净化,弃去 2 mL 初始滤液,收集滤液供离子色谱分析测定。

8.2 离子色谱参考条件

a) 色谱柱:阴离子交换柱(PA10),250 mm×4.0 mm;

b) 柱温:30 ℃;

c) 流动相:A 为水,B 为 200 mmol/L 氢氧化钠溶液(5.3);

d) 流速:1 mL/min;

e) 进样量:10 μL;

f) 工作电极:Au 电极;

g) 参比电极:Ag/AgCl 参比电极;

h) 检测池温度:30 ℃;

i) 洗脱条件按表 1 设置。

表 1 洗脱条件

时间,min	A,%	B,%
0	76	24
15	76	24
15.5	0	100
18	0	100
19	76	24
27	76	24

8.3 标准工作曲线绘制

按照 8.2 设定的色谱工作条件,待仪器稳定后,依次测定系列标准工作溶液(5.9)中葡萄糖、果糖、蔗糖和山梨醇的色谱峰面积。以系列标准工作溶液(5.9)中葡萄糖、果糖、蔗糖和山梨醇的浓度为横坐标,以相应峰面积为纵坐标,绘制葡萄糖、果糖、蔗糖和山梨醇的浓度-色谱峰面积标准曲线,标准品色谱图见附录 A。

8.4 试样溶液的测定

当试样溶液注入离子色谱仪中,得到峰面积。根据标准曲线得到待测液中葡萄糖、果糖、蔗糖和山梨醇的浓度。若试样溶液中测定组分浓度超过标准曲线上限,应稀释至标准曲线浓度范围后再行测定。

8.5 空白试验

除不加入试样外,采用完全相同的分析步骤进行测定。

9 结果计算和表述

试样中葡萄糖、果糖、蔗糖或山梨醇的含量按公式(1)计算。

$$\omega=\frac{(C-C_0)\times V\times f}{m\times 10000} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

ω ——试样中葡萄糖、果糖、蔗糖或山梨醇的含量的数值，单位为克每百克(g/100 g)；

C ——试样溶液中葡萄糖、果糖、蔗糖或山梨醇的浓度的数值，单位为毫克每升(mg/L)；

C_0 ——空白溶液中葡萄糖、果糖、蔗糖或山梨醇的浓度的数值，单位为毫克每升(mg/L)；

V ——提取液体积的数值，单位为毫升(mL)；

f ——试样溶液稀释倍数；

m ——试样的质量的数值，单位为克(g)；

10 000——换算系数。

计算结果≥10.0 g/100 g 时，保留 3 位有效数字；计算结果<10.0 g/100 g 时，保留 2 位有效数字。

10 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的 15%。

在再现性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的 20%。

11 检出限和定量限

当称样量为 5 g 时，水果中山梨醇的检出限为 0.015 g/100 g，葡萄糖、果糖、蔗糖的检出限均为 0.003 0 g/100 g；水果中山梨醇的定量限为 0.050 g/100 g，葡萄糖、果糖、蔗糖的定量限均为 0.010 g/100 g。

附　录　A
（资料性）
葡萄糖、果糖、蔗糖、山梨醇标准品的离子色谱图

葡萄糖、果糖、蔗糖、山梨醇标准品的离子色谱图见图 A.1。

标引序号说明：

A——山梨醇（c=5 mg/L）；　　C——果糖（c=20 mg/L）；

B——葡萄糖（c=10 mg/L）；　　D——蔗糖（c=20 mg/L）。

图 A.1　葡萄糖、果糖、蔗糖、山梨醇标准品的离子色谱图

AGRICULTURAL STANDARD PUBLISHING RESEARCH CENTER

NY/T 3943—2021

中华人民共和国
农业行业标准
水果中葡萄糖、果糖、蔗糖和山梨醇的测定
离子色谱法
NY/T 3943—2021
*　*　*
中国农业出版社出版
（北京市朝阳区麦子店街18号楼）
（邮政编码：100125　网址：www.ccap.com.cn）
北京印刷一厂印刷
新华书店北京发行所发行　各地新华书店经销
*　*　*
开本 880mm×1230mm 1/16　印张 0.75　字数 15 千字
2022年2月第1版　2022年2月北京第1次印刷
书号：16109·8811
定价：24.00元

版权专有　侵权必究
举报电话：（010）59194261

NY/T 3943—2021