



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4675.8—2016

出口葡萄酒中 5-羟甲基糠醛的测定 液相色谱法

Determination of 5-hydroxymethylfurfural in wine for export—HPLC method

2016-12-12 发布

2017-07-01 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

SN/T 4675《出口葡萄酒质量安全分析方法》共分为 30 个部分：

- SN/T 4675.1 出口葡萄酒中甘油的测定 酶法；
- SN/T 4675.2 出口葡萄酒中 2,3-丁二醇的测定 气相色谱法；
- SN/T 4675.3 出口葡萄酒中乙醇稳定碳同位素比值的测定；
- SN/T 4675.4 出口葡萄酒中乳酸的测定 酶法；
- SN/T 4675.5 出口葡萄酒中有机酸的测定 离子色谱法；
- SN/T 4675.6 出口葡萄酒中葡萄糖、果糖和蔗糖的测定；
- SN/T 4675.7 出口葡萄酒中乙醛的测定 气相色谱-质谱法；
- SN/T 4675.8 出口葡萄酒中 5-羟甲基糠醛的测定 液相色谱法；
- SN/T 4675.9 出口葡萄酒中二甘醇的测定 气相色谱-质谱法；
- SN/T 4675.10 出口葡萄酒中赭曲霉毒素 A 的测定 液相色谱-质谱/质谱法；
- SN/T 4675.11 出口葡萄酒中 7 种花色苷的测定 超高效液相色谱法；
- SN/T 4675.12 出口葡萄酒中溶菌酶的测定 液相色谱法；
- SN/T 4675.13 出口葡萄酒中 2,4,6-三氯甲苯醚残留量的测定 气相色谱-质谱法；
- SN/T 4675.14 出口葡萄酒中纳他霉素的测定 液相色谱-质谱/质谱法；
- SN/T 4675.15 出口葡萄酒中水杨酸、脱氢乙酸和对氯苯甲酸的测定 液相色谱法；
- SN/T 4675.16 出口葡萄酒中富马酸的测定 液相色谱-质谱/质谱法；
- SN/T 4675.17 出口葡萄酒中丁基锡含量的测定 气相色谱-质谱/质谱法；
- SN/T 4675.18 出口葡萄酒中二硫代氨基甲酸酯残留量的测定 顶空气相色谱法；
- SN/T 4675.19 出口葡萄酒中钠、镁、钾、钙、铬、锰、铁、铜、锌、砷、硒、银、镉、铅的测定；
- SN/T 4675.20 出口葡萄酒中稀土元素的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- SN/T 4675.21 出口葡萄酒中可溶性无机盐的测定 离子色谱法；
- SN/T 4675.22 出口葡萄酒中总二氧化硫的测定 比色法；
- SN/T 4675.23 出口葡萄酒及葡萄汁中氨氮的测定 连续流动分析仪法；
- SN/T 4675.24 出口葡萄酒福林-肖卡指数的测定 分光光度计法；
- SN/T 4675.25 出口葡萄酒颜色的测定 CIE 1976(L* a* b*)色空间法；
- SN/T 4675.26 出口葡萄酒浊度的测定 散射光法；
- SN/T 4675.27 出口葡萄酒碱性灰分的测定；
- SN/T 4675.28 出口葡萄酒细菌、霉菌及酵母的计数；
- SN/T 4675.29 出口葡萄酒中酒香酵母检验 实时荧光 PCR 法；
- SN/T 4675.30 出口葡萄酒中拜氏接合酵母检验 实时荧光 PCR 法。

本部分为 SN/T 4675 的第 8 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分修改采用国际葡萄与葡萄酒组织(OIV)的 OIV-MA-AS315-05B《葡萄酒中羟甲基糠醛的测定 高效液相色谱法》。本部分在技术内容上与方法一致,仅对 OIV 的方法 OIV-MA-AS315-05B 的个别内容作了编辑性修改,修改的主要内容为:

——液相色谱的流动相水+甲醇+乙酸=40+9+1,改为 10%(体积分数)甲醇水溶液。

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这些专利的责任。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局、中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：刘青、庞世琦、潘丙珍、陈秀明、余裕娟、奚星林、李志勇、李响、郭德华。

出口葡萄酒中 5-羟甲基糠醛的测定 液相色谱法

1 范围

SN/T 4675 的本部分规定了葡萄酒中 5-羟甲基糠醛含量的高效液相色谱测定方法。

本部分适用于葡萄酒中 5-羟甲基糠醛的定性检测和定量检测。

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。凡是不注明日期的引用文件,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 方法原理

葡萄酒中的 5-羟甲基糠醛经反相液相色谱柱分离后,用紫外检测器在 284 nm 处进行检测,用保留时间进行定性,标准曲线外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯。水采用 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇(CH_3OH):色谱纯。

4.2 10%甲醇水溶液(体积分数):准确吸取 100 mL 甲醇(4.1),用水定容至 1 L,混匀。

4.3 标准物质:5-羟甲基糠醛标准物质(5-hydroxymethylfurfural, $\text{C}_5\text{H}_6\text{O}_3$, CAS 编号:67-47-0),纯度 $\geq 98\%$ 。

4.4 标准储备液:准确称取适量的 5-羟甲基糠醛的标准物质,用 10%甲醇水溶液(4.2)配制成浓度为 200 mg/L 的标准储备溶液。该溶液在密封的棕色瓶中于 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下可保存 2~3 个月。

4.5 标准中间溶液:准确量取标准储备溶液(4.4)10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用 10%甲醇水溶液(4.2)定容至刻度,配成浓度为 20.0 mg/L 的标准中间溶液。该溶液在密封的棕色瓶中于 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下可保存 2~3 个月。

4.6 标准工作溶液:分别准确量取标准中间溶液(4.5)0.05 mL、0.1 mL、0.25 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.5 mL 于 10 mL 容量瓶中,用 10%甲醇水溶液(4.2)定容至刻度,分别配成 0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L 的标准工作溶液,现配现用。

4.7 微孔滤膜:0.45 μm ,水系。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器。

5.2 水平振荡器。

SN/T 4675.8—2016

- 5.3 超声波水浴。
- 5.4 分析天平:感量 0.01 g。

6 测定步骤

6.1 样品预处理

用移液管准确量取 10.0 mL 的试样(起泡酒需预先脱气。将 100 mL 试样倒入带排气塞的瓶中,在室温下使用水平振荡器或超声波水浴脱气,直至无气泡逸出。)到 100 mL 的容量瓶中,用 10% 的甲醇水溶液(4.2)定容到刻度,混合均匀后经滤膜(4.7)过滤后待测。

6.2 测定

6.2.1 液相色谱条件

- 6.2.1.1 色谱柱:C18,250 mm×4.6 mm(内径),5 μm,或性能相当者。
- 6.2.1.2 柱温:30 ℃。
- 6.2.1.3 流动相:甲醇+水(1+9,体积比)。
- 6.2.1.4 检测波长:284 nm。
- 6.2.1.5 进样量:10 μL。
- 6.2.1.6 流速:1.0 mL/min。

6.2.2 液相色谱测定

按照上述色谱条件下分别对标准工作溶液和样品试液进行检测,以保留时间对样品进行定性,工作曲线外标法对样品进行定量。5-羟甲基糠醛的参考保留时间为 10.6 min,典型的色谱图参见附录 A 中的图 A.1。在相同试验条件下,样品与标准品工作溶液中待测物质的色谱峰相对保留时间的偏差应在 2.5% 以内。

6.3 空白试验

除不加样品试液外,均按上述步骤进行。

7 结果计算和表述

7.1 试样中 5-羟甲基糠醛的含量由色谱数据处理软件或按式(1)计算获得,计算结果应扣除空白值。

$$X = \frac{c \times V}{V_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中:
X ——试样中 5-羟甲基糠醛的含量,单位为毫克每升(mg/L);
c ——从工作曲线求得的试样溶液中 5-羟甲基糠醛的含量(扣除空白),单位为毫克每升(mg/L);
V ——试样最终的定容体积,单位为毫升(mL);
V₀ ——试样的取样体积,单位为毫升(mL)。

7.2 计算结果用平行测定的算数平均值表示,保留两位有效数字。

8 定量限

本方法的定量限为 1.0 mg/L。

9 回收率

在四个添加浓度范围内,红葡萄酒、白葡萄酒和起泡酒的回收率数据参见附录 B。

10 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的 15%。

SN/T 4675.8—2016

附录 A

(资料性附录)

高效液相色谱法测定 5-羟甲基糠醛的典型色谱图

高效液相色谱法测定 5-羟甲基糠醛的典型色谱图见图 A.1。

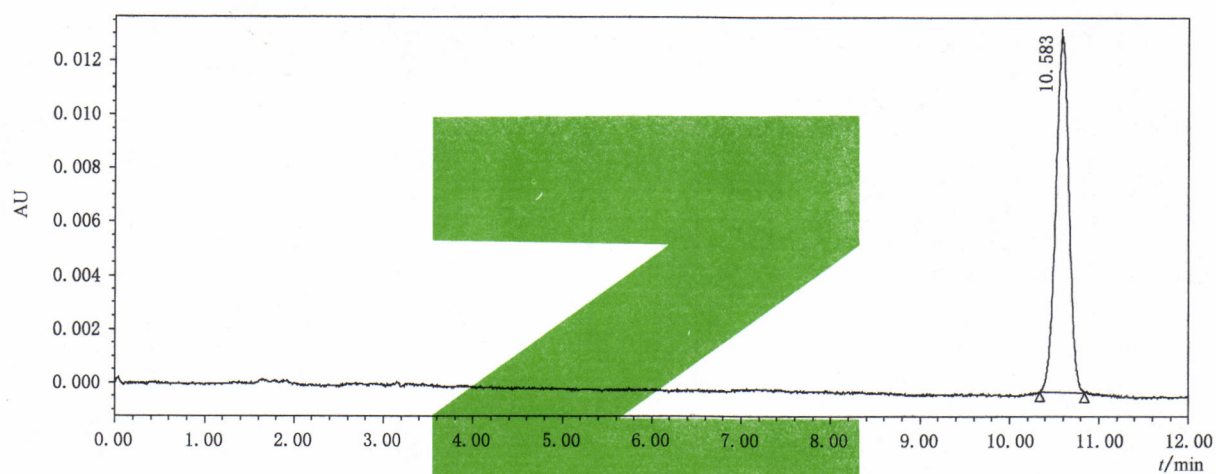


图 A.1 高效液相色谱法测定 5-羟甲基糠醛的典型色谱图(1.0 mg/L)

附 录 B
(资料性附录)

典型葡萄酒基质中 5-羟甲基糠醛不同添加水平回收率数据

典型葡萄酒基质中 5-羟甲基糠醛不同添加水平回收率数据见表 B.1。

表 B.1 典型葡萄酒基质中 5-羟甲基糠醛不同添加水平回收率数据

基质	添加水平/(mg/L)	平均回收率范围/%
红葡萄酒	1.0	95.0~100
	5.0	94.0~102
	10.0	95.7~107
	20.0	96.5~107
白葡萄酒	1.0	93.0~109
	5.0	94.4~104
	10.0	96.5~103
	20.0	95.5~109
起泡酒	1.0	93.0~105
	5.0	92.8~101
	10.0	94.9~106
	20.0	98.5~108

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
出口葡萄酒中 5-羟甲基糠醛的测定
液相色谱法

SN/T 4675.8—2016

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2017 年 11 月第一版 2017 年 11 月第一次印刷
印数 1—500

*

书号: 155066 · 2-32226 定价 16.00 元



SN/T 4675.8—2016