

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4675.5—2016

出口葡萄酒中有机酸的测定 离子色谱法

Determination of organic acids in wine for export—Ion chromatography

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

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
出口葡萄酒中有机酸的测定 离子色谱法

SN/T 4675.5—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 0.5 字数 12 千字
2017年11月第一版 2017年11月第一次印刷
印数 1—500

*

书号: 155066·2-32235 定价 14.00 元

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 5 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-AS313-16《葡萄酒中有机酸和阴离子的测定-离子色谱法》，修改的主要内容为：

- 增加了乳酸和乙酸含量的测定，减少了异柠檬酸含量的测定。

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、中华人民共和国上海出入境检验检疫局、中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：潘丙珍、庞世琦、刘青、何吉子、张嘉俊、李志勇、倪昕路、张进杰、宦萍。

出口葡萄酒中有机酸的测定 离子色谱法

1 范围

SN/T 4675 的本部分规定了葡萄酒中有机酸的离子色谱测定方法。

本部分适用于葡萄酒中有机酸含量的测定。

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 方法提要

试样以水稀释,采用阴离子交换色谱柱分离,离子色谱-电导检测器测定,保留时间定性,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,试验用水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 标准物质:乳酸(分子式: $C_3H_6O_3$,CAS 编号:50-21-5)、乙酸(分子式: $C_2H_4O_2$,CAS 编号:64-19-7)、苹果酸(分子式: $C_4H_6O_5$,CAS 编号:6915-15-7)、酒石酸(分子式: $C_4H_6O_6$,CAS 编号:133-37-9)、柠檬酸(分子式: $C_6H_8O_7$,CAS 编号:77-92-9),纯度大于 99%。

4.2 有机酸标准储备溶液(1 000 mg/L):分别准确称取乳酸、乙酸、苹果酸、酒石酸、柠檬酸(4.1)0.1 g (精确至 0.000 1 g)于 5 个 100 mL 容量瓶,用水溶解并定容。五种有机酸浓度均为 1 000 mg/L。

4.3 有机酸标准工作溶液:分别准确量取 0.1 mL、0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL 乳酸、乙酸、柠檬酸标准储备溶液(4.2)和 0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL 苹果酸、酒石酸标准储备溶液(4.2)于 5 个 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,配制成 5 种有机酸的混合标准溶液。混合标准溶液中乳酸、乙酸、柠檬酸的浓度分别为 1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L,苹果酸、酒石酸的浓度分别为 2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L,现配现用。

5 仪器和设备

5.1 离子色谱仪,配备电导检测器,梯度泵。

5.2 分析天平:感量 0.1 mg。

5.3 水平振荡器。

5.4 超声波水浴。

5.5 纯水机。

5.6 滤膜:0.45 μ m,水系。

SN/T 4675.5—2016

6 分析步骤

6.1 试样处理

用移液管准确量取 1.0 mL 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。)于 200 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀。再经滤膜(5.6)过滤,收集滤液待测。

6.2 离子色谱参考条件

离子色谱参考条件见附录 A。

6.3 离子色谱测定

按照离子色谱参考条件分别对标准工作液和样品试液进行测定,记录色谱图。以各有机酸标准溶液浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,分别绘制标准曲线,并计算线性回归方程。根据各有机酸保留时间定性,采用外标法定量。测试溶液中各有机酸得响应值应在标准线性范围内。在上述色谱条件下乳酸、乙酸、苹果酸、酒石酸和柠檬酸的参考保留时间分别约为 18.7 min、20.3 min、52.7 min、54.2 min、84.6 min,典型的色谱图参见附录 B 中图 B.1。

6.4 空白试验

除不加试样外,按上述步骤进行空白试验。

7 结果计算

7.1 试样中有机酸含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(C - C_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中有机酸的含量,单位为毫克每升(mg/L);

C ——测试溶液中有机酸的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

C_0 ——空白溶液中有机酸的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样取样体积,单位为毫升(mL)。

7.2 计算结果保留至整数。

8 测定范围

本方法乳酸、乙酸、柠檬酸的测定范围为 200 mg/L~4 000 mg/L,苹果酸、酒石酸测定范围为 400 mg/L~8 000 mg/L。

9 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过其算术平均值的 8%。

附 录 A

(资料性附录)

离子色谱参考条件

- a) 离子色谱仪(Dionex ICS-1500)¹⁾, 配备电导检测器, 梯度泵, 自动淋洗液发生器。
- b) 色谱柱: IonPAC® AS11-HC 型阴离子分离柱(4 mm×250 mm)和 IonPAC® AG11-HC 型保护柱(4 mm×50 mm), 或性能相当者。
- c) 柱温箱温度: 35 ℃, 柱温: 30 ℃。
- d) 淋洗液: 由自动淋洗液发生器产生氢氧化钾, 梯度如表 A.1。
- e) 淋洗液流速: 0.8 mL/min。
- f) 电导检测: 电化学自再生抑制, 抑制电流 150 mA。
- g) 进样量: 25 μL。

表 A.1 淋洗液梯度淋洗程序

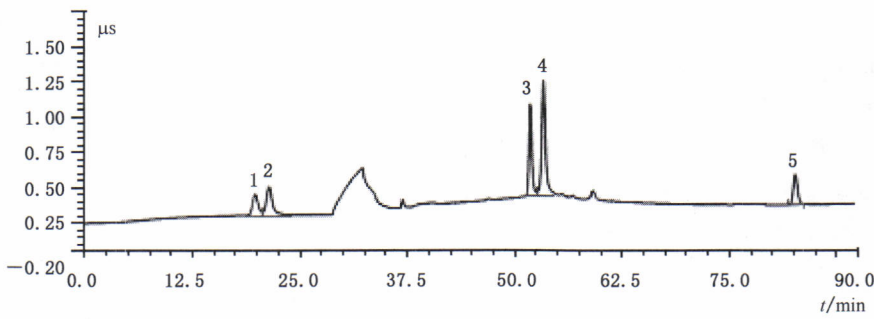
时间 min	淋洗液浓度 mmol/L
0	0.5
25	0.5
90	38
95	38
100	0.5

1) 非商业性声明: 表 A.1 所列参数是在 Dionex ICS-1500 离子色谱仪上完成的, 此处列出试验用仪器型号仅是为了提供参考, 并不涉及商业目的, 鼓励标准使用者尝试采用不同厂家或型号的仪器。

附录 B
(资料性附录)

五种有机酸混合标准溶液的离子色谱图

五种有机酸混合标准溶液的离子色谱图见表 B.1。



说明：

- 1——乳酸；
- 2——乙酸；
- 3——苹果酸；
- 4——酒石酸；
- 5——柠檬酸。

注：乳酸、乙酸和柠檬酸标准溶液浓度为 2 mg/L，苹果酸和酒石酸标准溶液浓度为 5 mg/L。

图 B.1 五种有机酸混合标准溶液离子色谱图



SN/T 4675.5-2016

书号:155066 • 2-32235

定价： 14.00 元