

文章编号:1003-8701(2011)01-0048-02

离子色谱法测定葡萄中六种有机酸

李芳¹, 王丽丽², 徐熠¹, 姑丽巴哈¹

(1. 新疆维吾尔自治区测试研究院, 乌鲁木齐 830011; 2. 新疆农业大学, 乌鲁木齐 830091)

摘要:采用电导检测模式,对葡萄中的6种有机酸成分进行分离测定。将葡萄样品通过洗涤、浸提、过滤之后进样,可以测定其丙酸、丁酸、乳酸、乙酸、柠檬酸、酒石酸6种有机酸,在一定的色谱条件下,6种离子都具有很好的线性和较低的检出限。采用抑制电导的离子色谱法是分析葡萄中有机酸成分的高效、准确的方法。

关键词:离子色谱;葡萄;有机酸

中图分类号:O657.32

文献标识码:A

Determination of Six Kinds of Organic Acids in Grapes by Ion Chromatography

LI Fang¹, WANG Li-li², XU Yi¹, Guli Baha¹

(1. Test Institute of Xinjiang Uygur Autonomous Region, Urumqi 830011; 2. Xinjiang Agricultural University, Urumqi 830091, China)

Abstract: In this paper, a method for simultaneous determination of six kinds of organic acids in grapes was proposed. The organic acids including monoprop, butyric acid, lactic acid, acetic acid, citric acid, tartaric acid, lactic acid were analyzed by means of ion chromatography using a gradient elution. The results showed the reliability of the IC method. Under favorable chromatographic conditions, good linear relationship, sensitivity and reproducibility were obtained.

Keywords: Ion chromatography; Grapes; Organic acids

有机酸存在广泛,种类繁多,是影响水果等多种食品口味的重要物质,它可以表征产品的质量,指示食品是否变质,因此有机酸的检测十分重要且必须的。葡萄果实中的有机酸主要有酒石酸、苹果酸和柠檬酸,其组成与含量是决定葡萄果实风味和品质的重要因素之一。果实的味感大部分取决于甜味、酸味和苦味之间的平衡,味感质量则取决于这些味感之间的和谐程度,尤其是酿酒葡萄中的有机酸,对葡萄酒的组成成分、稳定性和感官品质都起着重要的作用。其中酒石酸是葡萄和葡萄酒中特有的一种有机酸,占葡萄酒总酸的1/4~1/3,是葡萄中最强的酸,对细菌有较强的抑制作用;苹果酸是葡萄酒酿造过程中的一种关键酸,对于确定葡萄是否成熟及葡萄酒酿造是否精

心都有着重要的作用。柠檬酸来源于葡萄,在葡萄酒中含量不多,其作用是能溶解三价铁,但易被细菌污染,造成酒的不稳定。乳酸主要来源于苹果酸-乳酸发酵,这一结果使酒趋于成熟,并且口感更协调;近年来有机酸测定越来越受到人们的重视,气相色谱测定有机酸时,常因酸的沸点较高、不易气化而需要先对其衍生再进行测定,回收率不高,对热稳定性差和含量极低的有机酸难以测定;高效液相色谱测定有机酸比气相色谱法简便,在测定芳香族有机酸和多元酸时更是如此;毛细管电泳法分析有机酸也有少量应用;抑制电导检测器对有机酸的灵敏度较高,比UV检测器约高10倍,因此食品中痕量的有机酸检测最好使用离子色谱法。离子色谱法是分析有机酸的有效简单的方法,在环境样品、试剂、饮料等的成分分析中均有应用。本实验部分采用电导检测模式的方法对葡萄中6种有机酸进行了测定。

收稿日期:2010-08-31

作者简介:李芳(1977-),女,助理研究员,从事食品分析研究。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

ICS-2000 离子色谱仪(美国 Dionex 公司);电导检测器;Chromleon 色谱工作站;Millipore 纯水器;0.45 μm 过滤膜,所有试剂均为分析纯。丙酸、丁酸、乳酸、乙酸、柠檬酸、酒石酸的标准溶液均由 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的贮备液配制。

1.2 色谱实验条件

AS11-HC 分离柱 4mm;淋洗液:NaOH 梯度;流速:1.0 mL/min;进样量:25 μL 。

1.3 样品制备

称取 10 g 样品,用水定容至 100.0。滤液过 P 柱和 RP 柱。滤液上机。

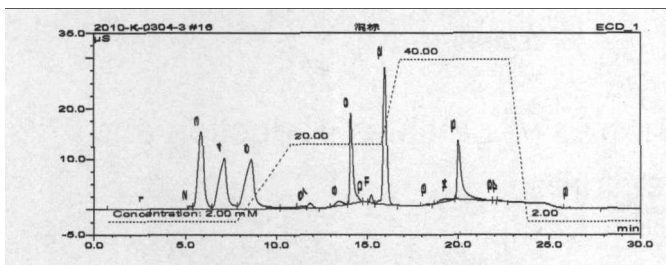


图 1 标准溶液离子色谱图

3- 乳酸;4- 丙酸;5- 丁酸;9- 酒石酸;12- 乙酸;15- 柠檬酸

2 结果与讨论

2.1 色谱条件

淋洗液选用 NaOH 梯度即 (0~7 min 2.00 mM, 10~15 min 20 mM, 16~22 min 40 mM, 23~30 min 2 mM, 33END)作为淋洗液对 6 种有机酸进行分离。

2.2 样品测定

所选择的色谱分析条件,各种待测离子的色谱峰间的分离度均大于 1.5,能够保证定量和定性,图 1 是混合标准溶液色谱图,图 2 是实际样品的色谱图。连续进 10 针同一样品的峰保留时间和峰面积的相对标准偏差 RSD 分别小于 1.9% 和 3.2%。

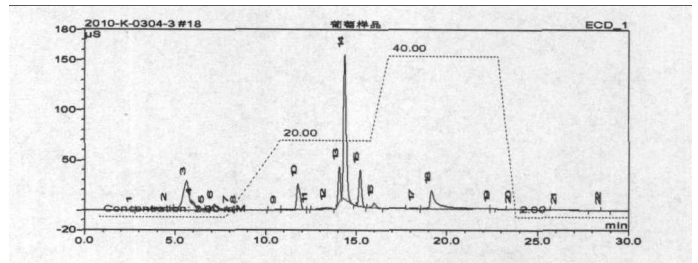


图 2 实际样品离子色谱图

2.3 回收率测定

在葡萄样品中添加 6 种有机酸的标准品,按照 1.3 所述的实验方法进行前处理,测其回收率见表 1。

表 1 标准加入回收实验

待测组分	测定值 $\rho/(\text{mg}/100\text{g})$	加入量 $\rho/(\text{mg}/100\text{g})$	测得量 $\rho/(\text{mg}/100\text{g})$	回收率 (%)
丙酸	0.20	0.1	0.29	96.67
丁酸	0.16	0.1	0.165	97.06
乳酸	0.23	0.1	0.245	102.08
乙酸	13.11	5	18.30	101.05
酒石酸	296.20	100	397.25	100.27
柠檬酸	48.35	20	68.50	100.22

3 结 论

实验结果表明,该方法对于葡萄样品中 6 种有机酸的测定有很好的重现性、线性,加标回收率也表明较为准确,使用 NaOH 淋洗液,抑制电导检测,对葡萄样品中的 6 种有机酸进行分离,峰形良好,并不受其它杂质干扰。

参考文献:

- [1] 问亚琴,张艳芳,潘秋红,等.葡萄果实有机酸的研究进展[J].海南大学学报,2009 27(3):302-307.
- [2] 李君霞,都振江. HPLC 法测定葡萄酒中的有机酸[J].中外葡萄与葡萄酒,2007(6):51-52.
- [3] 寇登民,祁 静.自制新型毛细管色谱柱分析有机羧酸[J].色谱,1999,17(6):550-552.
- [4] 牟世芬,刘开录.离子色谱[M].北京:科学出版社,1986:100.