

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3846—2014

出口苹果和浓缩苹果汁中稳定 碳同位素比值的测定

Determination of the carbon isotope ratio in apple and apple juice
concentrate for export

2014-01-13 发布

2014-08-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国陕西出入境检验检疫局、中国检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人：张遵、蔡砚、李高华、范春林、梁靓、李毅然。

出口苹果和浓缩苹果汁中稳定 碳同位素比值的测定

1 范围

本标准规定了稳定同位素比质谱法测定苹果和浓缩苹果汁中果汁、果糖、果肉稳定碳同位素比值的方法。

本标准适用于苹果和浓缩苹果汁中果汁、果糖、果肉稳定碳同位素比值的测定。

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(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)。

3 方法提要

苹果和浓缩苹果汁中果汁、果糖、果肉经制备后进入元素分析仪燃烧氧化,经化学纯化及 GC 分离后用稳定同位素比质谱仪测定稳定碳同位素比($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$),通过与标准物质的比较确定果汁、果糖、果肉 $\delta^{13}\text{C}$ 值。

4 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 氢氧化钙。

4.2 丙酮: $\geq 99.5\%$ 。

4.3 硫酸: $95\% \sim 98\%$ (质量分数)。

4.4 0.1 mol/L 硫酸:取 2.8 mL 硫酸(4.3)用水稀释至 500 mL。

4.5 橄榄油标准: $C=54.00\%$, $\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}} = -28.51 \pm 0.16\%$ 。(Cat No.B 2172-Batch 3130)。

4.6 吸附剂(Chromosorb W 30-60 Mesh)。

4.7 锡杯: $8\text{ mm} \times 5\text{ mm}$ 。

5 仪器

5.1 稳定同位素比质谱仪, $\delta^{13}\text{C}$ 测定精度: 0.1% 。载气:氦气,纯度 99.999% ;助燃气:氧气,纯度 99.999% 。

5.2 天平:感量为 0.01 mg 。

5.3 离心机:大于 $3\ 000\text{ r/min}$ 。

5.4 食品料理机。

5.5 $5\ \mu\text{L}$ 移液器。

5.6 离心管(耐有机溶剂):体积 50 mL 。

6 样品制备

6.1 果汁样品的制备

- 6.1.1 将苹果去皮去籽取其可食部分,切碎,放入料理机,打成浆状。浓缩果汁直接用原汁,无需处理。
- 6.1.2 用移液器吸取果汁或果浆(6.1.1)2 μL 于锡杯中,可先在锡杯中加入少量吸附剂(4.6),将锡杯密封备用,每个样品制备两个。

6.2 果糖样品的制备

- 6.2.1 将苹果去皮去籽取其可食部分,切碎,放入料理机,打成浆状。将浓缩果汁加水复原。
- 6.2.2 取50 mL果汁或果浆(6.2.1)于离心管中,在转速大于3 000 r/min下离心10 min,取上层清液于另一离心管中(下层的果肉可用于果肉样品的制备),加2 g氢氧化钙(4.1)搅匀,在90 $^{\circ}\text{C}$ 的水浴中加热3 min,趁热离心,倒出上层清液,用硫酸(4.4)酸化至溶液的颜色发生变化(pH值约为5)。将溶液置于4 $^{\circ}\text{C}$ 的冰箱里过夜(大约15 h),离心,取上层清液于75 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥3 h至果糖为不流动黏稠状液体。
- 6.2.3 用移液器吸取2 μL 上述果糖试样于锡杯中密封备用,每个样品制备两个。

6.3 果肉样品的制备

- 6.3.1 将苹果去皮去籽取其可食部分,切碎,放入料理机,打成浆状。将浓缩果汁加水复原。
- 6.3.2 取50 mL果汁或果浆(6.3.1)于离心管中,在转速大于3 000 r/min下离心10 min,弃去上层清液(上层的果汁也可用于果糖样品的制备),加40 mL水搅拌5 min,离心,弃去上层清液,这个过程重复3次。然后加入40 mL丙酮(4.2)搅拌5 min,离心,弃去丙酮,这个过程重复3次。将清洗后的果肉在75 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥,得到均匀的白色或灰色固体。
- 注:为了得到有价值的结果,用水和丙酮彻底清洗是很有必要的。这能确保夹杂的糖和液体物质能够被除去。如果浆没有彻底洗净,那些液态物质将造成浆中 $\delta^{13}\text{C}$ 值为可疑数据。
- 6.3.3 称取干燥后的果肉2.5 mg于锡杯中密封备用,每个样品制备两个。

7 测定步骤

7.1 标准参照物

移取2 μL 橄榄油标准(4.5)于锡杯中,密封备用。

7.2 同位素质谱仪的预调

确认同位素质谱仪的工作环境、气密性、离子源的真空度均符合要求,然后检验其稳定性和峰形,必要时调整离子源参数值,确认数据采集系统设备正确,必要时进行调整。仪器工作条件参见附录A。

7.3 测定

将制备好的样品依次放在自动进样器上,在计算机控制下,依次测定橄榄油标准和待测试料。通过相应的同位素族 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 的信号强度测定比值。测定完毕后,试料的 $\delta^{13}\text{C}$ 值由计算机自动计算给出。同一样品的 $\delta^{13}\text{C}$ 值应在相同的仪器条件下测定。

8 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0.30‰。

附录 A
(资料性附录)
仪器工作条件¹⁾

稳定同位素质谱仪工作条件:

——EA 工作条件:

- a) 氧气流量:0.14 MPa;
- b) 氮气流量:0.14 MPa;
- c) 燃烧管温度:1 000 °C;
- d) 还原管温度:600 °C;
- e) GC 温度:100 °C;

——MS 工作条件:

- a) 二氧化碳调谐气流量:0.2 MPa;
- b) 调节进入离子源的氮气流量,使得离子源内¹²C 的信号值在 1~2 E-6;
- c) 高电压 HT:2 242 V;
- d) 聚焦率 Focus:87%;
- e) 阱电流 Trap:100 μA;
- f) 电子能量 eV: -79.99 V;
- g) 离子排斥电压 IR: -2.893 V。

1) 非商业性声明:附录 A 所列参数是在 EA-S1 Hydra20-20 型元素分析稳定同位素质谱仪上完成的,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。
