

## 离子色谱法测定饮料中柠檬酸

### 1. 前言

柠檬酸和柠檬酸盐作为添加剂而广泛的应用于饮料行业中，由于柠檬酸是一种较强的有机酸，作为添加剂在食品行业中使用，其添加量有着严格的限定，不允许超标使用柠檬酸，因此建立一种快速测定饮料中柠檬酸盐含量的分析方法显得尤为重要。

### 2. 实验条件

#### 2.1 色谱条件：

仪器型号： IC-2010

色谱柱： TSKgelSuperIC-Anion HS (4.6mm I.D×10cm)

柱温： 40℃

流动相： 8.0m M Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

流速： 1.5ml/min

进样量： 30μL

抑制胶： TSKsuppress IC-A

#### 2.2 样品前处理方法：

取四种饮料各适量于锥形瓶中，超声 20min 以去除饮料中的碳酸。然后将四种饮料分别稀释 100 倍，超声 10min。饮料稀释液依次通过 0.22 滤头和 TOYOPAK ODS M 固相萃取柱，去除样品中的颗粒物以及疏水性有机物。弃去前 4ml 滤液，收集之后的滤液进样分析。

注：TOYOPAK ODS M 柱使用前先用 10ml 甲醇和 20ml 纯水冲洗活化。

### 3. 结果

#### 3.1 色谱条件的选择

由于柠檬酸在阴离子色谱柱上有较强的保留，通过提高淋洗液浓度可缩短柠檬酸的保留时间，但浓度的提高导致抑制后的背景电导增大，检出限会因此而下降。TSKgelSuperIC-Anion HS 阴离子色谱柱是 TOSOH 公司开发的一款快速阴离子分离柱，采用 8 m mol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 溶液等度洗脱，柠檬酸在 4.65min 左右出峰。由于柠檬酸在离子色谱柱上的强保留特性，使得饮料中其他阴离子在柠檬酸之前被洗脱出，因此不会对柠檬酸的测定带来干扰。图 1 为柠檬酸标准溶液色谱图。

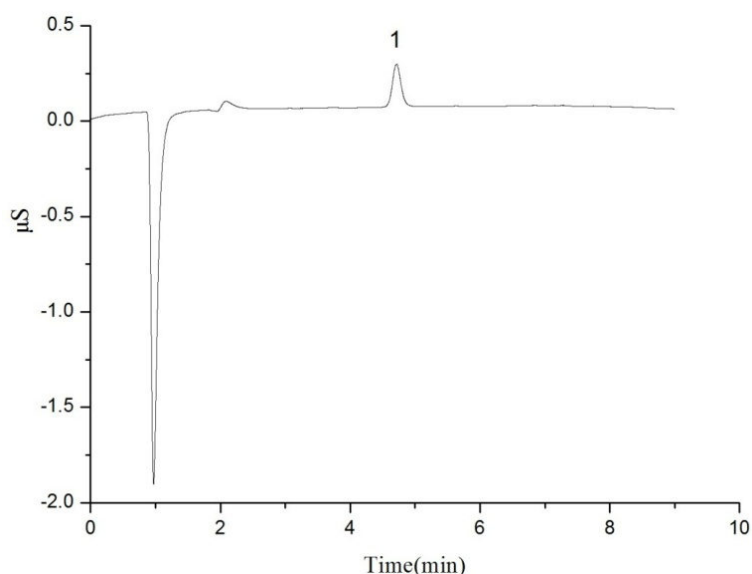


图 1 1.0mg/L 柠檬酸标准溶液谱图

### 3.2 重现性、线性范围

按照 2.1 中所述色谱条件，1.0mg/L 柠檬酸标准溶液，连续进样 7 次，峰面积和保留时间的相对标准偏差分别为 0.52%和 0.21%。根据噪音峰峰高，按照  $S/N=3$ ，计算出柠檬酸的检出限，结果见表 1。利用 IC-2010 自动进样器自动稀释功能，分别将 40mg/L 的柠檬酸标准溶液稀释 2、5、10、20、50 倍，并依次进样分析，以峰面积为纵坐标，柠檬酸浓度为横坐标制作校准曲线，结果如表 1 所示。

表 1 柠檬酸的重现性、线性范围和检出限 (n=7)

Table 1 Linear regression equation, Linear range and Detection limit of Citrate (n=7)

被测物	线性范围 mg/L	线性方程	相关系数	RSD %		检出限 mg/L
				保留时间	峰面积	
柠檬酸	0.8-40	$Y=1.12X-0.35$	0.9999	0.21	0.52	0.049

### 3.3 样品测定

按照 2.2 所述样品前处理方法和 1.2 中所述色谱条件下对各样品进行测定，每个样品连续测定 5 次，具体结果见表 2。图 2 为样品测定谱图。

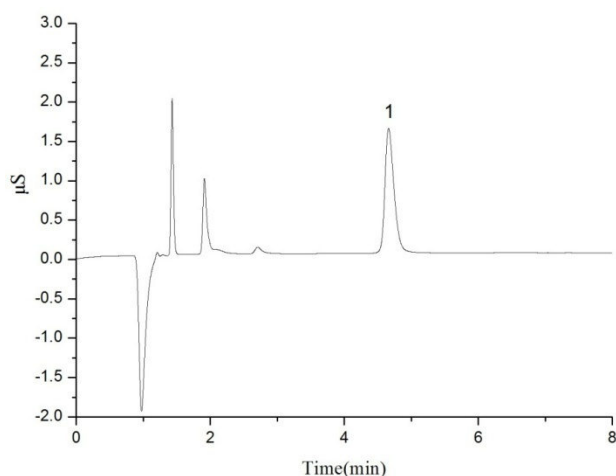


图 2 样品 4 溶液谱图

表 2 测定结果 (n=5)					
样品	测定浓度 mg/L	加标 mg/L	测得均值 mg/L	回收率 (%)	RSD (%)
样品 1	7.16	10	16.68	95.20	0.57
样品 2	20.28	10	29.93	96.50	0.16
样品 3	8.04	10	18.96	109.20	0.19
样品 4	13.62	10	23.15	95.30	0.62

4. 结论

采用离子色谱法快速测定了饮料中的柠檬酸，该方法具有简便快捷、灵敏度高、定量准确等优点，具有较强的实用性，可以应用于饮料类产品中柠檬酸含量测定。