

ICS 67.050
B20

团体标准

T/ NAIA XXX—2023

葡萄酒中甘油及糖类的测定 高效液相色谱法

Determination of Glycerin and Carbohydrates in wine by HPLC

2023-XX-XX 发布

2023-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》规定编写。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏回族自治区食品检测研究院（国家市场监管重点实验室（枸杞和葡萄酒质量安全））、宁夏工商职业技术学院、宁夏回族自治区食品质量监督检验二站、银川海关技术中心、宁夏化学分析测试协会

本文件主要起草人：

本标准于 2023 年 XX 月 XX 日首次发布。

葡萄酒中甘油及糖类的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了葡萄酒中甘油、葡萄糖、果糖、蔗糖的液相色谱检测方法。
本文件适用于葡萄酒中甘油、葡萄糖、果糖、蔗糖的测定和确证。

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实验方法

GB 5009.8 食品中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖的测定

GB/T 15038 葡萄酒、果酒通用分析方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

试样中的甘油、葡萄糖、果糖、蔗糖经超声提取后，利用反相色谱柱分离，用示差折光检测器检测，以保留时间定性，供高效液相色谱仪测定和确证，外标法定量。

5 试剂和材料

本方法所用的试剂，除另有规定外，均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙腈：色谱纯。

5.1.4 90%乙腈水溶液：将乙腈和水按 90+10 的体积比混合均，微孔滤膜过滤。

5.2 标准品

5.2.1 标准品：甘油（Glycerol，CAS 号 56-81-5， $C_3H_8O_3$ ）、葡萄糖（Glucose，CAS 号 50-99-7， $C_6H_{12}O_6$ ）、果糖（Fructose，CAS 号 7660-25-5， $C_6H_{12}O_6$ ）、蔗糖（Sucrose，CAS 号 57-50-1， $C_{12}H_{22}O_{11}$ ），纯度均 $\geq 99\%$ 。

5.2.2 标准储备液：分别准确称取适量的标准品，用水配制成浓度为 20.0mg/mL 的混合标准储备溶液，4℃保存，有效期一个月。

5.2.3 标准工作液：分别吸取混合标准储备液 1.0mL，2.0mL，3.0mL，4.0mL，5.0mL，10.0mL 用水定容至 10.0mL，制成最终浓度为：2.0mg/mL、4.0mg/mL、6.0mg/mL、8.0mg/mL、10.0mg/mL、20.0mg/mL 标准系列工作溶液，临用现配。

6 仪器和设备

- 6.1 高效液相色谱仪(HPLC): 带示差折光检测器。
- 6.2 分析天平: 感量 0.1mg 和 0.01g。
- 6.3 高速离心机: 转速 ≥ 4000 r/min。
- 6.4 超声波清洗器。
- 6.5 水相型微孔滤膜: 孔径 0.45 μ m。
- 6.6 涡旋混合器。

7 分析步骤

7.1 试样制备

取代表性样品摇匀分装, 密闭常温或冷藏保存。

7.2 试样的提取

称取试样 10.0g (精确到 0.01g) 置于 50mL 容量瓶中, 加水 30mL 超声 10min, 用水定容至刻度, 充分摇匀, 4000r/min 离心 5min, 上清液经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤后, 上机待测。

7.3 仪器参考条件

- 7.3.1 色谱柱: 氨基色谱柱, 4.6*250mm, 5 μ m, 或具有同等性能的色谱柱。
- 7.3.2 流动相: 乙腈+水=90+10 (体积比)。
- 7.3.3 流速: 1.0mL/min。
- 7.3.4 示差折光检测器条件: 40 $^{\circ}$ C。
- 7.3.5 进样量: 20 μ L。
- 7.3.6 柱温: 40 $^{\circ}$ C。

7.4 标准曲线的制作

将标准曲线工作液按浓度由低到高的顺序各取 20 μ L 分别注入液相色谱仪, 测定相应的峰面积, 以标准曲线工作液的质量浓度为横坐标, 以峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。

7.5 试样溶液的测定

将试样溶液注入液相色谱仪中, 以保留时间定性, 得到峰面积, 根据标准曲线得到待测液中甘油、葡萄糖、果糖、蔗糖的质量浓度。在上述条件下, 甘油、葡萄糖、果糖、蔗糖的色谱图参见附录 A 种图 1。

8 分析结果的表述

试样中甘油、葡萄糖、果糖、蔗糖含量按式 (1) 进行计算:

$$X = \frac{c \times v \times 1000}{m \times 1000} \dots \dots \dots (1)$$

式中:

- X ——样本中甘油、葡萄糖、果糖、蔗糖含量, 单位为克每千克 (g/kg);
- C ——测定溶液浓度, 单位为克每升 (mg/mL);

V ——样本溶液提取溶液体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样质量，单位为克（g）。

注：测定结果用平行测定的算数平均值表示，保留三位有效数字。

9 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

10 检出限

当称样量为 10g，甘油、葡萄糖、果糖、蔗糖的检出限为 1.0g/kg。

附录 A
(资料性附录)

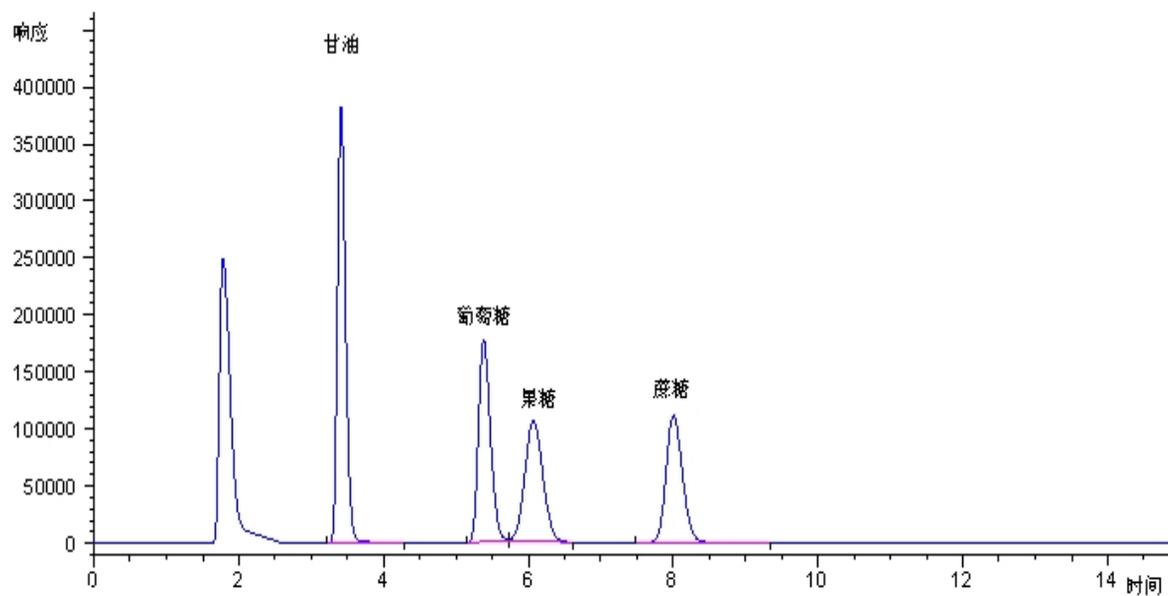


图 A.1 甘油、葡萄糖、果糖、蔗糖的色谱图