TB

团体标准

T/ NAIA XXX-2023

草本葡萄酒多糖含量的测定 乙醇沉淀-苯酚硫酸法

Determination of polyacrylamide content in herbal wines

Alcohol-phenol-sulfuric acid method

2023-XX-XX 发布

2023-XX-XX 实施

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》的规定起草。

本文件由北方民族大学生物科学与工程学院提出。

本文件由宁夏化学分析测试协会归口。

本文件起草单位:北方民族大学。

本标准主要起草人: 朱娟娟、郭姝彤、马海军。

本文件为首次发布。

草本葡萄酒多糖含量的测定 乙醇沉淀-苯酚硫酸法

1 范围

本文件规定了乙醇沉淀-苯酚硫酸法测定草本葡萄酒多糖含量的分析方法。

本文件适用于草本葡萄酒中多糖含量的测定。

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(ISO 3696: 1987, MOD)

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

利用低温条件下多糖在乙醇溶液中聚合形成微颗粒沉淀,再在硫酸的作用下先水解成单糖,并迅速脱水生成糖醛衍生物,然后与苯酚生成橙黄色化合物,用分光光度法于 490 nm 波长处测定期多糖含量。

5 试剂

本方法所用试剂为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

- 5.1 浓硫酸。
- 5.2 葡萄糖标准溶液 (0.1 g/L):

准确称取 105 ℃干燥恒重的 D-无水葡萄糖 0.1 g (精确到 0.000 1 g),加蒸馏水溶解,并定容至 1 000 mL。

5.3 苯酚溶液:

苯酚使用重蒸苯酚, 称取重蒸苯酚 10 g, 加蒸馏水溶解, 并定容至 150 ml, 随后保存于棕色瓶中备用。

6 测定步骤

6.1 标准曲线的绘制:

准确吸取 0.1 g/L 葡萄糖标准溶液 0.1 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、0.8 mL、1.0 mL分置于 25 mL 具塞试管中,各试管中添加蒸馏水至 2.0 mL,再添加 1.0 mL 苯酚溶液,迅速加入 5.0 mL 浓硫酸,摇匀后放置 5 min,置于 100 ℃ 水浴中加热 15 min,取出冷却至室温,另以水 2 mL 加苯酚和浓硫酸,同上操作为空白对照,于 490 nm 处测定吸光度,绘制标准曲线。

6.2 样品处理及测定:

分别取 25 mL 草本葡萄酒于 50 mL 瓷坩埚中在 60 ℃ 下挥发至近干,10 mL 水溶解转移至 50 mL 离心管中加入 40 mL 无水乙醇,混匀后 4 ℃ 沉淀 24 h,12 000 r/min 离心 10 min,除去上清液,保留沉淀,随后加入等体积 80% 乙醇溶液 12 000 r/min 离心 5 min,去离子水溶解后定容至 25 mL 待测。

准确吸取适量样品溶液,按标准曲线绘制的方法测定吸光度,根据标准曲线计算出吸取的待测液中葡萄糖的浓度。

7. 测定结果的计算

7.1 计算公式:

样品中多糖含量根据下式计算:

草本葡萄酒多糖含量 (mg /L) = $\frac{M \times V_1}{V_2} \times 0.9$

式中: M ——根据标准曲线计算得样品测定液的葡萄糖含量,单位为 mg/L;

V1 ——样品定容体积,单位为毫升(mL);

V2——比色测定时所移取样品测定液的体积,单位为毫升(mL);

0.9——葡萄糖换算成葡聚糖得校正系数。

计算结果保留至小数点后两位。

7.2 重复性:

每个试样取三个平行样进行测定,以其算术平均值为测定结果,在重复条件下三次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10 %。