ICS 67.160.10
CCS X 62

TB

团 体 标 准

T/ NAIA XXX-2023

草本葡萄酒中总糖和还原糖含量测定

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》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：马海军、朱娟娟、郭姝彤。

本文件为首次发布。

草本葡萄酒中总糖和还原糖含量测定

1 范围

本标准规定了草本葡萄酒中总糖和还原糖含量的测定方法。

本标准适用于各种葡萄酒中总糖和还原糖含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过GB／T9695的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB／T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法（ISO 3696：1987，MOD）

GB／T 9695.19 肉与肉制品 取样方法

3. 原理

利用斐林溶液与还原糖共沸，生成氧化亚铜沉淀，以次甲基蓝为指示剂，以样品滴定煮沸的斐林溶液，达到滴定终点时，稍微过量的还原糖将蓝色的次甲基兰还原为无色时即为滴定终点。根据样品消耗最求得总糖或还原糖的含量，具体反应方程式如下：

$CuSO_4 + 2NaOH \rightarrow Cu(OH)_2\downarrow + Na_2SO_4$

$Cu(OH)_2$ +酒石酸钾钠 → 酒石酸钾钠铜络合物(Cu^{2+})

酒石酸钾钠铜络合物+葡萄糖 → $Cu_2O\downarrow$+葡萄糖酸

4. 试剂与仪器

4.1 1:1盐酸溶液。

4.2 15%氢氧化钠溶液。

4.3 2.5g/L葡萄糖标准溶液：将葡萄糖105℃烘干至恒重，称取2.5g（精确至0.001g），用水溶解至1000mL容量瓶中，定容至刻度摇匀，4℃冰箱冷藏。

4.4 10g/L次甲基蓝指示剂。

4.5 斐林试剂A液：准确称取34.7g $CuSO_4 \cdot 5H_2O$，用蒸馏水溶解并定容至500 mL。

4.6 斐林试剂B液：准确称取173.0g $C_4H_4KNaO_6 \cdot 4H_2O$和50.0g NaOH，用蒸馏水溶解并定容至500 mL。

5 仪器和设备

5.1 电热鼓风干燥箱。

5.2 酸式滴定管：50 mL。

5.3 可调电炉：带石棉网。

6 操作步骤

6.1 试样的处理

准确量取一定量样品于100 mL容量瓶中（取样前先用手持折光仪粗侧样品糖含量，保证样品稀释后的总糖含量在0.4-0.8%），加入5 mL 1:1盐酸溶液，加水30mL左右，在68℃水浴15min，冷却后加入两滴酚酞，用15%的NaOH调至原色（指样品加水之后的颜色），然后定容至100mL。

6.2 斐林试剂的标定

预实验：斐林试剂A、B液各取5mL放入250mL锥形瓶中，随后加入50mL蒸馏水，再加两滴10g/L次甲基蓝指示液，电炉加热至沸腾，用2.5g/L葡萄糖标准溶液滴定（此时滴定时间可以不限制），到达滴定终点，记录消耗葡萄糖标准溶液体积。

正式实验：斐林试剂A、B液各取5mL放入250mL锥形瓶中，随后加入50mL蒸馏水，加入比预实验少2-4mL所消耗的葡萄糖标准溶液，再加两滴10g/L次甲基蓝指示液，电炉加热至沸腾，用2.5g/L葡萄糖标准溶液滴定（此时滴定时间严格控制在30s之内），到达滴定终点，记录消耗葡萄糖标准溶液体积。同时平行操作三次，取平均值，然后依据公式计算出F值。

计算公式：　$F=(m\times V)/1000$　　……（1）

式中：F为斐林试剂A、B液各5mL相当于葡萄糖的克数；m为葡萄糖的质量，其值为2.5 g；V为正式试验中消耗葡萄糖标准溶液的总体积，mL。

6.3 试样总糖含量的预测

斐林试剂A、B液各取5mL放入250mL锥形瓶中，加50mL水，加入按上述方法处理后的葡萄汁5～10mL，加入两滴10g/L次甲基蓝，电炉加热至沸腾，用2.5g/L葡萄糖标准溶液滴定（此时滴定时间可以不限制），到达滴定终点，记录消耗葡萄糖标准溶液体积。

6.4 试样总糖含量的测定

斐林试剂A、B液各取5mL放入250mL锥形瓶中，加50mL水，加入按上述方法处理后的葡萄汁5～10mL，加入比预实验少2-4mL所消耗的葡萄糖标准溶液，再加两滴10g/L次甲基蓝，电炉加热至沸腾，用2.5g/L葡萄糖标准溶液滴定（此时滴定时间严格控制在30s之内），到达滴定终点，记录消耗葡萄糖标准溶液总体积。同法平行操作三次，得出平均消耗体积。

6.5 试样还原糖含量的预测

斐林试剂A、B液各取5mL放入250mL锥形瓶中，加50mL水，加5-10mL葡萄酒（如果含糖量高可进行稀释），加入两滴次甲基蓝，电炉加热至沸腾，用2.5g/L葡萄糖标准溶液滴定（此时滴定时间可以不限制），到达滴定终点，记录消耗葡萄糖标准溶液体积。

6.4 试样还原糖含量的测定

斐林试剂A、B液各取5mL放入250mL三角瓶中，加50mL水，加5-10mL草本葡萄酒（如果含糖量高可进行稀释），加入比预实验少2-4mL所消耗葡萄糖标准溶液，加入两滴次甲基蓝，电炉加热至沸腾，用2.5g/L葡萄糖标准溶液滴定（此时滴定时间严格控制在30s之内），到达滴定终点，记录消耗葡萄糖标准溶液总体积。同法平行操作三次，得出平均消耗体积。

7. 计算

7.1 试样中总糖的含量按式（2）计算

$$X = \frac{F - G \times V_B}{(V_1 / V_2) \times V_3} \times 1000 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

X：总糖含量，g/L。

F：斐林A、B液各5mL相当于葡萄糖的克数，g。

V1：吸取样品的体积，mL。

V2：样品稀释后或水解定容的体积，mL。

V3：消耗试样的体积（也就是在测定时加入的稀释后的试样的体积），mL。

G：葡萄糖标准溶液的准确浓度，2.5g/L

VB：消耗葡萄糖标准溶液的体积，mL。

7.2 试样中还原糖的含量按式（3）计算

$$X = \frac{F - G \times V_B}{(V_1 / V_2) \times V_3} \times 1000 \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

X：还原糖含量，g/L；

F：斐林A、B液各5mL相当于葡萄糖的克数，g；

V1：吸取草本葡萄酒的体积，mL；

V2：草本葡萄酒稀释后或水解定容的体积，mL；

V3：消耗草本葡萄酒的体积（也就是在测定时加入的稀释后的草本葡萄酒的体积），mL；

G：葡萄糖标准溶液的准确浓度，g/mL；

VB：消耗葡萄糖标准溶液的体积，mL。

8. 精密度

在同一实验室，由同一操作者在短暂的时间间隔内，用同一设备对同一试样获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过 1%。

9. 试验报告

试验报告应说明：

-------与识别样品有关的必须信息；

-------取样方法；

-------依据本部分规定或被视为可选的所有操作，以及可能影响测试结果的其他事件；

-------获得的结果；

-------如果检验了重复性，列出最终结果。