

前 言

本标准是根据美国公职分析化学家协会(AOAC)《分析方法手册》(第十四版)中 3.112、3.113、30.038、31.042 和 52.019 制定的,在技术内容上与它们等效,在编写规则上与之不同。在依据 AOAC《分析方法手册》制定本标准时,取消了其中一些选择性操作方法,使本标准只规定了一种操作方法,这样有利于提高测定数据的可比性。

为适应对分析数据的不同需要,在测定烟草和烟草制品中还原糖的同时,增了水溶性总糖的测定。

本标准从 1997 年 7 月 1 日起实施。

本标准的附录 A 和附录 B 均为标准的附录。

本标准由国家烟草专卖局提出。

本标准由全国烟草标准化技术委员归口。

本标准起草单位:国家烟草质量监督检验中心。

本标准主要起草人:刘惠民、杨进、王芳、陈燕、赵明月。

中华人民共和国烟草行业标准

烟草及烟草制品 水溶性糖的测定
芒森·沃克法

YC/T 32—1996

Tobacco and tobacco products—Determination of
water soluble sugars—Munson-Walker method

1 范围

本标准规定了水溶性糖的测定方法。
本标准适用于烟草及烟草制品中常量糖的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 5606.1—1996 卷烟 抽样

YC/T 5—1992 烟草成批取样的一般原则

YC/T 31—1996 烟草及烟草制品 试样的制备和水分测定 烘箱法

3 定义

本标准采用下列定义。
水溶性糖 water soluble sugars
能溶于水的糖类。不包括淀粉、糊精等。

4 原理

溶剂萃取出水溶性糖,经纯化后(水溶性总糖测定时应水解)与费林溶液在一定条件下反应,产生氧化亚铜沉淀。用三价铁离子溶解氧化亚铜沉淀,产生出二价铁离子。

用高锰酸钾标准滴定溶液滴定二价铁离子,求出氧化亚铜沉淀中铜的量,查汉蒙表得相应的葡萄糖量,计算得出试样的还原糖(或水性总糖)含量。

5 试剂

使用分析纯级试剂,水应为蒸馏水或同等纯度的水。

5.1 草酸钾($K_2C_2O_4 \cdot H_2O$)。

5.2 费林溶液:

a) 硫酸铜溶液:溶解硫酸铜($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)34.639g于水中,稀释至500mL。

b) 酒石酸钾钠溶液:溶解酒石酸钾钠($KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$)173.09g及氢氧化钠50g于水中,稀释至500mL。

5.3 盐酸溶液, $c(HCl)=3mol/L$ 。

国家烟草专卖局1996-10-07批准

1997-07-01实施

- 5.4 乙酸铅溶液,中性乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水制成饱和溶液。
- 5.5 氢氧化钠溶液,10%(m/m)。
- 5.6 硫酸铁溶液,溶解铁铵矾 $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 125g 或硫酸铁 55g 于水中,稀释至 1000mL。
- 5.7 硫酸溶液, $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=2\text{mol/L}$ 。
- 5.8 乙醇溶液,80%(V/V),乙醇加水,用酒精计调整至乙醇浓度为 80%(V/V)。借助 pH 试纸,用 10%(m/m)氢氧化钠溶液中和乙醇溶液的游离酸至中性。
- 5.9 草酸钾溶液,20%(m/m)。
- 5.10 高锰酸钾标准滴定溶液,见附录 B(标准的附录)。
- 5.11 邻菲罗啉指示剂,溶解 0.7425g 邻菲罗啉于 25mL 0.025mol/L 硫酸亚铁溶液中。
- 5.12 甲基红指示剂,0.1%。

6 仪器、设备

常用实验室仪器及下述各项。

- 6.1 水浴锅。
- 6.2 抽滤装置。
- 6.3 单刻度移液管,25mL。
- 6.4 容量瓶,250mL。
- 6.5 三角瓶,250mL。
- 6.6 烧杯,400mL。
- 6.7 漏斗,直径约 90mm。
- 6.8 圆底烧瓶,500mL。
- 6.9 棕色滴定管,25mL。
- 6.10 烧结玻璃坩埚,G4 型。
- 6.11 定性滤纸,快速。

7 抽样

7.1 烟叶

按 YC/T 5 抽取烟叶作为实验室样品。

7.2 卷烟

按 GB/T 5606.1 抽取卷烟作为实验室样品。

8 分析步骤

8.1 试样的制备

按 YC/T 31 制备试样。

8.2 测定次数

每个试样应平行测定两次。

8.3 水分含量的测定

按 YC/T 31 测定试样的水分含量。

8.4 水溶性糖的测定

8.4.1 糖液的制备

称取试料适量(烤烟 2~3g,晾晒烟 4~6g)于三角瓶(6.5)中,精确至 0.001g,加入 100mL 乙醇(5.8),浸泡过夜。次日,将上层清液过滤于圆底烧瓶(6.8)中,再加 100mL 乙醇(5.8)于三角瓶中,在沸腾的水浴锅上回流抽提 30min。将抽提液过滤于圆底烧瓶中,用乙醇(5.8)充分洗涤三角瓶及残渣。合并

抽提液与洗涤液,加入瓷环两个,在沸腾的水浴锅中回收乙醇,直至没有乙醇味。取下圆底烧瓶,加入100mL 80℃水,振荡溶解,必要时用玻璃棒搅碎不溶块,冷却至室温。将溶液转入容量瓶(6.4)中,用水充分洗涤圆底烧瓶内壁,将洗涤液转入容量瓶中。沿容量瓶壁小心加入乙酸铅溶液(5.4)15mL,用水定容至刻度,盖上瓶盖,充分振荡,静置15min。然后将溶液过滤于内有2g草酸钾(5.1)的三角瓶(6.5)中,待滤液约200mL时,充分摇动三角瓶使草酸钾溶解,静置,用一滴草酸钾溶液(5.9)检查上层清液应无沉淀产生。将溶液过滤于三角瓶(6.5)中。此即为制备好的糖液。

注:制备好的糖液应马上进行后续测定。

8.4.2 费林反应

8.4.2.1 水溶性总糖的测定

用单刻度移液管(6.3)移取25mL制备好的糖液于烧杯(6.6)中,加入盐酸溶液(5.3)3mL,盖上表面皿,放在沸腾的水浴锅上水解,并准确控制水解时间15min,然后将溶液迅速冷却至室温。加甲基红指示剂(5.12)两滴,用氢氧化钠溶液(5.5)调节溶液至中性,氢氧化钠不可过量。即刻移取费林溶液(5.2)a和b各25mL于烧杯内,加水17.5mL。

盖上表面皿,将烧杯加热,使之在4min内沸腾,并准确控制溶液保持沸腾2min,立即将氧化亚铜沉淀抽滤于烧结玻璃坩埚(6.10)内,以60~80℃水充分洗涤烧杯和烧结玻璃坩埚,将烧结玻璃坩埚放入原烧杯内。

8.4.2.2 还原糖的测定

用单刻度移液管(6.3)移取制备好的糖液和水各25mL于烧杯(6.6)中,然后移取费林溶液(5.2)a和b各25mL于烧杯内。以下操作同8.4.2.1。

8.5 高锰酸钾滴定

向装有烧结玻璃坩埚的烧杯中加入硫酸铁溶液(5.6)50mL,搅动溶液使氧化亚铜沉淀完全溶解。然后加入硫酸溶液(5.7)20mL,立即用高锰酸钾标准滴定溶液(5.10)滴定,近终点时加入邻菲罗啉指示剂一滴,滴定至溶液由棕黄色变为绿色即为终点。同时做空白试验,并加以校正。空白试验有效期为二个月。

9 结果的计算与表述

9.1 铜量的计算

生成的铜量 Z ,由式(1)得出:

$$Z = T(V_2 - V_1) \dots \dots \dots (1)$$

式中: Z ——生成的铜量,mg;

T ——高锰酸钾标准滴定溶液的滴定度,mgCu/mL;

V_1 ——空白试验耗用高锰酸钾标准滴定溶液的体积,mL;

V_2 ——滴定耗用高锰酸钾标准滴定溶液的体积,mL。

9.2 水溶性糖含量的计算

烟草中水溶性总糖(或还原糖)的百分含量 C ,由式(2)得出:

$$C = \frac{N \times 10}{m \times (1 - W) \times 1000 \times 100} \dots \dots \dots (2)$$

式中: C ——水溶性总糖(或还原糖)的百分含量,%;

N ——从附录A查得的 Z mg铜相当的葡萄糖量,mg;

m ——试料质量,g;

W ——试样的水分百分含量,%。

9.3 结果的表述

以两次测定的平均值作为测定结果。

若测得的水溶性糖含量大于或等于 10.0%，结果精确至 0.1%；若小于 10.0%，结果精确至 0.01%。

10 精密度

两次平行测定结果绝对值之差不应大于 0.30%。

附录 A
(标准的附录)
汉 蒙 表

表 A1

单位:mg

铜	葡萄糖	铜	葡萄糖	铜	葡萄糖	铜	葡萄糖
10	4.6	49	23.6	88	43.0	127	62.8
11	5.1	50	24.1	89	43.5	128	63.3
12	5.6	51	24.6	90	44.0	129	63.8
13	6.0	52	25.1	91	44.5	130	64.3
14	6.5	53	25.6	92	45.0	131	64.9
15	7.0	54	26.1	93	45.5	132	65.4
16	7.5	55	26.5	94	46.0	133	65.9
17	8.0	56	27.0	95	46.5	134	66.4
18	8.5	57	27.5	96	47.0	135	66.9
19	8.9	58	28.0	97	47.5	136	67.4
20	9.4	59	28.5	98	48.0	137	68.0
21	9.9	60	29.0	99	48.5	138	68.5
22	10.4	61	29.5	100	49.0	139	69.0
23	10.9	62	30.0	101	49.5	140	69.5
24	11.4	63	30.5	102	50.0	141	70.0
25	11.9	64	31.0	103	50.6	142	70.5
26	12.3	65	31.5	104	51.1	143	71.1
27	12.8	66	32.0	105	51.6	144	71.6
28	13.3	67	32.5	106	52.1	145	72.1
29	13.8	68	33.0	107	52.6	146	72.6
30	14.3	69	33.5	108	53.1	147	73.1
31	14.8	70	34.0	109	53.6	148	73.7
32	15.3	71	34.5	110	54.1	149	74.2
33	15.7 ^b	72	35.0	111	54.6	150	74.7
34	16.2	73	35.5	112	55.1	151	75.2
35	16.7	74	36.0	113	55.6	152	75.7
36	17.2	75	36.5	114	56.1	153	76.3
37	17.7	76	37.0	115	56.7	154	76.8
38	18.2	77	37.5	116	57.2	155	77.3
39	18.7	78	38.0	117	57.7	156	77.8
40	19.2	79	38.5	118	58.2	157	78.3
41	19.7	80	39.0	119	58.7	158	78.9
42	20.1	81	39.5	120	59.2	159	79.4
43	20.6	82	40.0	121	59.7	160	79.9
44	21.1	83	40.5	122	60.2	161	80.4
45	21.6	84	41.0	123	60.7	162	81.0
46	22.1	85	41.5	124	61.3	163	81.5
47	22.6	86	42.0	125	61.8	164	82.0
48	23.1	87	42.5	126	62.3	165	82.5

续表 A1

单位:mg

铜	葡萄糖	铜	葡萄糖	铜	葡萄糖	铜	葡萄糖
166	83.1	209	105.9	252	129.3	295	153.4
167	83.6	210	106.5	253	129.9	296	153.9
168	84.1	211	107.0	254	130.4	297	154.5
169	84.6	212	107.5	255	131.0	298	155.1
170	85.2	213	108.1	256	131.6	299	155.6
171	85.7	214	108.6	257	132.1	300	156.2
172	86.2	215	109.2	258	132.7	301	156.8
173	86.7	216	109.7	259	133.2	302	157.3
174	87.3	217	110.2	260	133.8	303	157.9
175	87.8	218	110.8	261	134.3	304	158.5
176	88.3	219	111.3	262	134.9	305	159.0
177	88.9	220	111.9	263	135.4	306	159.6
178	89.4	221	112.4	264	136.0	307	160.2
179	89.9	222	112.9	265	135.5	308	160.7
180	90.4	223	113.5	266	137.1	309	161.3
181	91.0	224	114.0	267	137.7	310	161.9
182	91.5	225	114.6	268	138.2	311	162.5
183	92.0	226	115.1	269	138.8	312	163.0
184	92.6	227	115.7	270	139.3	313	163.6
185	93.1	228	116.2	271	139.9	314	164.2
186	93.6	229	116.7	272	140.4	315	164.7
187	94.2	230	117.3	273	141.0	316	165.3
188	94.7	231	117.8	274	141.6	317	165.9
189	95.2	232	118.4	275	142.1	318	166.5
190	95.7	233	118.9	276	142.7	319	167.0
191	96.3	234	119.5	277	143.2	320	167.6
192	96.8	235	120.0	278	143.8	321	168.2
193	97.3	236	120.6	279	144.4	322	168.8
194	97.9	237	121.1	280	144.9	323	169.3
195	98.4	238	121.7	281	145.5	324	169.9
196	98.9	239	122.2	282	146.0	325	170.5
197	99.5	240	122.7	283	146.6	326	171.1
198	100.0	241	123.3	284	147.2	327	171.6
199	100.5	242	123.8	285	147.7	328	172.2
200	101.1	243	124.4	286	148.3	329	172.8
201	101.6	244	124.9	287	148.8	330	173.4
202	102.2	245	125.5	288	149.4	331	173.9
203	102.7	246	126.0	289	150.0	332	174.5
204	103.2	247	126.6	290	150.5	333	175.1
205	103.8	248	127.1	291	151.1	334	175.7
206	104.3	249	127.7	292	151.7	335	176.3
207	104.8	250	128.2	293	152.2	336	176.8
208	105.4	251	128.8	294	152.8	337	177.4

表 A1(完)

单位:mg

铜	葡萄糖	铜	葡萄糖	铜	葡萄糖	铜	葡萄糖
338	178.0	363	192.6	388	207.5	413	222.6
339	178.6	364	193.2	389	208.1	414	223.3
340	179.2	365	193.8	390	208.7	415	223.9
341	179.7	366	194.4	391	209.3	416	224.5
342	180.3	367	195.0	392	209.9	417	225.1
343	180.9	368	195.6	393	210.5	418	225.7
344	181.5	369	196.2	394	211.1	419	226.3
345	182.1	370	196.8	395	211.7	420	227.0
346	182.7	371	197.4	396	212.3	421	227.6
347	183.2	372	198.0	397	212.9	422	228.2
348	183.8	373	198.5	398	213.5	423	228.8
349	184.4	374	199.1	399	214.1	424	229.5
350	185.0	375	199.7	400	214.7	425	230.1
351	185.6	376	200.3	401	215.3	426	230.7
352	186.2	377	200.9	402	215.9	427	231.4
353	186.8	378	201.5	403	216.5	428	232.0
354	187.3	379	202.1	404	217.1	429	232.7
355	187.9	380	202.7	405	217.8	430	233.3
356	188.5	381	203.3	406	218.4	431	234.0
357	189.1	382	203.9	407	219.0	432	234.7
358	189.7	383	204.5	408	219.6	433	235.3
359	190.3	384	205.1	409	220.2	434	236.1
360	190.9	385	205.7	410	220.8	435	236.9
361	191.5	386	206.3	411	221.4		
362	192.0	387	206.9	412	222.0		

附录 B

(标准的附录)

高锰酸钾标准滴定溶液的制备

A1 配制

称取约 3.3g 高锰酸钾,溶于 105mL 水中,缓缓煮沸 15min,冷却后置于暗处保存二周。

以 G4 烧结玻璃坩埚过滤于干燥的棕色瓶中。

注:过滤高锰酸钾溶液所使用的 G4 烧结玻璃坩埚预先应以同样的高锰酸钾溶液缓缓煮沸 5min,收集瓶也要用此高锰酸钾溶液洗涤 2~3 次。

A2 标定

称取 0.2g 于 105~110℃ 烘至恒重的基准草酸钠,称准至 0.0001g,溶于 100mL 硫酸溶液(8 份硫酸+92 份水)中,用配制好的高锰酸钾溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1\text{mol/L}$] 滴定,近终点时加热至 65℃,继续滴定至溶液呈粉红色保持 30s。同时做空白试验。

A3 计算

$$T = \frac{127.1 \times m}{134.0 \times (V_1 - V_2) \times 1000} \dots\dots\dots (B1)$$

式中: T ——高锰酸钾标准滴定溶液滴定度,mgCu/mL;

m ——草酸钠的质量,g;

V_1 ——滴定消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积,mL;

V_2 ——空白试验消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积,mL;

127.1—— $2 \times$ 铜的原子量;

134.0——草酸钠的分子量。

A4 精密度

A4.1 浓度值精确至 0.0001mgCu/mL。

A4.2 平行试验不得少于八次,两人各作四平行,每人四平行测定结果的极差与平均值之比不得大于 0.2%;两人测定结果平均值之差与总平均值之比不得大于 0.2%。结果取平均值。

A5 标定值有效期

标定值有效期为二个月。