



中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 159—2002

烟草及烟草制品 水溶性糖的测定 连续流动法

Tobacco and tobacco products—Determination of water
soluble sugars —Continuous flow method

[HTTP://www.macylab.com](http://www.macylab.com) TEL:400-616-4686

2002-09-12 发布

2002-12-01 实施

国家烟草专卖局 发布

前 言

本标准等效采用国际烟草科学研究合作中心(CORESTA)第 38 号推荐方法。

本标准与 CORESTA 第 38 号推荐方法主要有以下技术差异：

增加了水溶性总糖的测定，使本方法可以测定水溶性的还原糖和总糖。研究表明，采用本标准的测定结果可能高于 YC/T 32 的测定结果，这是由于测定原理不同所造成的。

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会归口。

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、李萍、李荣、王芳。



烟草及烟草制品 水溶性糖的测定 连续流动法

1 范围

本标准规定了烟草中水溶性糖的测定方法。

本标准适用于烟草和烟草制品。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 5606.1 卷烟 抽样

YC/T 5 烟叶成批取样的一般原则

YC/T 31 烟草及烟草制品 试样的制备和水分测定 烘箱法

3 原理

用5%乙酸水溶液萃取烟草样品,萃取液中的糖(水溶性总糖测定时应水解)与对羟基苯甲酸酰肼反应,在85℃的碱性介质中产生一黄色的偶氮化合物,其最大吸收波长为410 nm,用比色计测定。

注:如用水萃取,某些样品中的蔗糖会水解。

4 试剂

使用分析纯级试剂,水应为蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 Brij35 溶液(聚乙氧基月桂醚)

将250 g Brij35 加入到1 L 水中,加热搅拌直至溶解。

4.2 0.5 mol/L 氢氧化钠溶液

将20 g 片状氢氧化钠加入到800 mL 水中,搅拌,放置冷却。溶解后加入0.5 mL Brij 35(4.1),用水稀释至1 L。

4.3 0.008 mol/L 氯化钙溶液

将1.75 g 氯化钙($\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶于水中,加入0.5 mL Brij 35 溶液(4.1),用水稀释至1 L。

注:若溶液中有沉淀,应用定性滤纸过滤。

4.4 5%乙酸溶液

用冰乙酸制备5%乙酸溶液(此溶液用于制备标准溶液、萃取溶液)。

4.5 活化5%乙酸溶液

取1 L 5%乙酸溶液(4.4),加入0.5 mL Brij 35 溶液(4.1)(此溶液用于冲洗系统)。

4.6 0.5 mol/L 盐酸溶液

在通风橱中,将42 mL 发烟盐酸(质量分数为37%)缓慢加入到500 mL 水中,用水稀释至1 L。

4.7 1.0 mol/L 盐酸溶液

在通风橱中,将 84 mL 发烟盐酸(质量分数为 37%)缓慢加入到 500 mL 水中,加入 0.5 mL Brij 35 溶液(4.1),用水稀释至 1 L。

4.8 1.0 mol/L 氢氧化钠溶液

用 500 mL 水溶解 40 g 片状氢氧化钠,用水稀释至 1 L。

4.9 5%对羟基苯甲酸酰肼溶液($\text{HOC}_6\text{H}_4\text{CONHNH}_2$)

将 250 mL 0.5 mol/L 盐酸溶液(4.6)加入到 500 mL 容量瓶中,加入 25 g 对羟基苯甲酸酰肼,使其溶解。加入 10.5 g 柠檬酸 $[\text{HOC}(\text{CH}_2\text{COOH})_2\text{COOH} \cdot \text{H}_2\text{O}]$,溶解后用 0.5 mol/L 盐酸溶液稀释至刻度。于 5℃ 贮存,使用时只取需要量。

注:对羟基苯甲酸酰肼(质量分数大于 97%)的纯度非常重要。如果有杂质,将会在管路中形成沉淀。可以用水重结晶进行纯化。如有下列情形则表明对羟基苯甲酸酰肼不纯:

- 白色的对羟基苯甲酸酰肼结晶中有黑色颗粒;
- 5%对羟基苯甲酸酰肼溶液呈黄色;
- 对羟基苯甲酸酰肼在 0.5 mol/L 氢氧化钠溶液中溶解困难;
- 溶液中有悬浮颗粒;
- 基线呈波浪形。

5%对羟基苯甲酸酰肼溶液也可用下述方法进行制备:向烧杯中加入 250 mL 0.5 mol/L 盐酸溶液,加热至 45℃,持续搅拌下加入对羟基苯甲酸酰肼和柠檬酸,冷却后转入容量瓶中,用盐酸溶液稀释至刻度。用这种方法制备的对羟基苯甲酸酰肼溶液可避免在管路中形成沉淀。

4.10 D-葡萄糖

4.11 标准溶液

4.11.1 储备液:称取 10.0 g D-葡萄糖(4.10)于烧杯中,精确至 0.000 1 g,用 5%乙酸溶液(4.4)溶解后转入 1 L 容量瓶中,用 5%乙酸溶液定容至刻度。贮存于冰箱中。此溶液应每月制备一次。

4.11.2 工作标准液:由储备液用 5%乙酸溶液制备至少 5 个工作标准液,其浓度范围应覆盖预计检测到的样品含量。工作标准液应贮存于冰箱中,每两周配制一次。

5 仪器设备

常用实验仪器及

5.1 连续流动分析仪(见图 1),由下述各部分组成:

- 取样器;
- 比例泵;
- 渗析器;
- 加热槽;
- 螺旋管;
- 比色计,配 410 nm 滤光片;
- 记录仪。

5.2 天平,感量 0.000 1 g。

5.3 振荡器。

6 分析步骤

6.1 抽样

按 GB/T 5606.1 或 YC/T 5 抽取样品。

6.2 按 YC/T 31 制备试样,测定水分含量。

6.3 称取 0.25 g 试料于 50 mL 磨口三角瓶中,精确至 0.000 1 g,加入 25 mL 5%乙酸溶液,盖上塞子,

在振荡器上振荡萃取 30 min。

6.4 用定性滤纸过滤,弃去前几毫升滤液,收集后续滤液作分析之用。

6.5 上机运行工作标准液和样品液。如样品液浓度超出工作标准液的浓度范围,则应稀释。

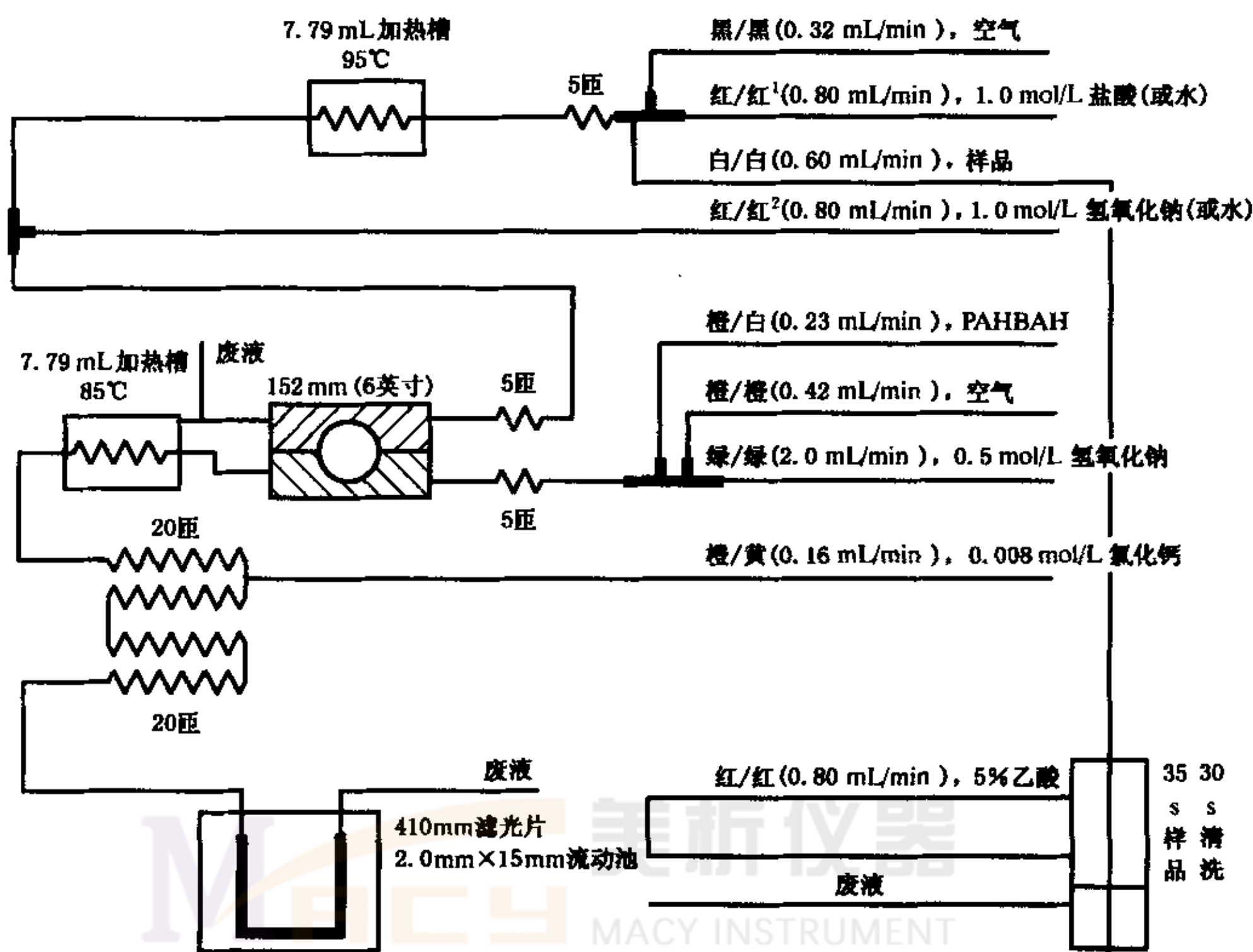


图1 水溶性糖测定管路图

注：测定总糖时,红/红¹为 1.0 mol/L 盐酸,95℃加热槽打开;测定还原糖时,红/红¹管为活化水,红/红²管为水,95℃加热槽关闭。

7 结果的计算与表述

7.1 水溶性糖的计算

以干基计的水溶性糖的含量,以葡萄糖计,由式(1)得出:

$$\text{总(还原)糖}(\%) = \frac{c \times V}{m \times (1 - W)} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——样品液总(还原)糖的仪器观测值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——萃取液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为毫克(mg);

W ——试样的水分含量。

7.2 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%。

8 精密度

两次平行测定结果绝对值之差不应大于 0.50%。