



中华人民共和国国家标准

GB/T 15038—201×
代替 GB/T 15038—2006

葡萄酒、果酒通用分析方法

Analytical methods of wine and fruit wine

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 感官分析	1
3.1 原理	1
3.2 品酒	1
3.3 感官检查与评定	2
4 理化分析	2
4.1 总糖和还原糖	2
4.2 干浸出物	9
4.3 总酸	11
4.4 挥发酸	12
4.5 柠檬酸	15
4.6 二氧化碳	16
4.7 铁	18
4.8 铜	21
4.9 总糖——酶法	24
4.10 酒精度——仪器法	24
4.11 干浸出物——仪器法	24
4.12 游离二氧化硫	24
4.13 白藜芦醇	24
4.14 感官评定	24
附录 A (资料性附录) 葡萄糖、果糖、蔗糖标准品和样品的色谱图	25
附录 B (规范性附录) 密度-总浸出物含量对照表	26
附录 C (资料性附录) 葡萄酒、果酒中总糖的测定 酶法	27
附录 D (资料性附录) 葡萄酒、果酒中酒精度的测定 仪器法	29
附录 E (资料性附录) 葡萄酒、果酒中干浸出物的测定 仪器法	31
附录 F (资料性附录) 葡萄酒、果酒中游离二氧化硫的测定	33
附录 G (资料性附录) 葡萄酒中白藜芦醇和白藜芦醇苷的测定 高效液相色谱法	36
附录 H (资料性附录) 葡萄酒感官评定要求	39

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 15038—2006《葡萄酒、果酒通用分析方法》。本标准与 GB/T 15038—2006 相比主要变化如下：

- 增加了总糖和还原糖测定方法 液相色谱法、费林试剂-间接碘量电位滴定法、费林试剂-间接碘量滴定法；
- 增加了二氧化碳的测定方法 分析仪法；
- 修改了挥发酸的样品前处理,并增加了电位滴定法；
- 将游离二氧化硫的测定方法调到附录方法中；
- 删除了甲醇、总二氧化硫、抗坏血酸的测定方法；
- 增加了附录 C 总糖的测定方法 酶法；
- 增加了附录 D 酒精度的测定方法 仪器法；
- 增加了附录 E 干浸出物的方法 仪器法；
- 附录 G 中修改了白藜芦醇的测定方法 液相色谱法,删除了气相质谱法；
- 删除了葡萄酒中糖分和有机酸的测定(HPLC 法)；
- 删除了山葡萄酒评分细则。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国酿酒标准化技术委员会(SAC/TC 471)归口。

本标准起草单位:中国食品发酵工业研究院有限公司、烟台市产品质量监督检验所、中国长城葡萄酒有限公司、烟台张裕集团有限公司、中法合营王朝葡萄酿酒有限公司、新疆中信国安葡萄酒业有限公司、威龙葡萄酒股份有限公司、冷谷红葡萄酒股份有限公司、中华人民共和国宁波出入境检验检疫技术中心、中华人民共和国广东出入境检验检疫局检验检疫技术中心、中华人民共和国黄埔出入境检验检疫局、广西壮族自治区分析测试研究中心、中华人民共和国上海出入境检验检疫局动植物与食品检验检疫技术中心。

本标准主要起草人:钟其顶、高红波、马佩选、赵永福、张志然、王焕香、王晓红、王方、赵玉玲、陈青昌、耿红玲、殷居易、刘青、田玲、郑思珩、黄一帆、陈章庭、岳红卫、谢一兴。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15038—1994、GB/T 15038—2006。

葡萄酒、果酒通用分析方法

1 范围

本标准规定了葡萄酒、果酒产品的通用分析方法。
本标准适用于葡萄酒、果酒产品。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB 5009.28—2016 食品安全国家标准 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定

GB 5009.225—2016 食品安全国家标准 酒中乙醇浓度的测定

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 感官分析

3.1 原理

感官分析指评价员通过口、眼、鼻等感觉器官检查产品的感官特性,即对葡萄酒、果酒产品的色泽、香气、滋味及典型性等感官特性进行检查与分析评定。

3.2 品酒

3.2.1 品尝杯

葡萄酒、果酒品尝杯见图 1。

单位为毫米

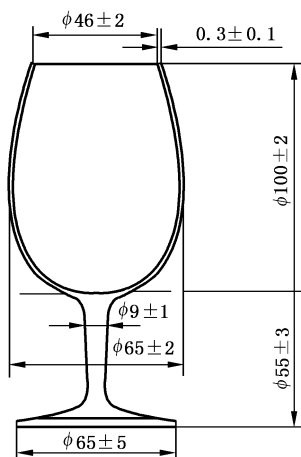


图 1 葡萄酒、果酒品尝杯(满口容量为 215 mL)

3.2.2 调温

调节酒的温度,使其达到:起泡葡萄酒 9℃~10℃(酒杯温度与酒的温度应一致);白葡萄酒 10℃~15℃;桃红葡萄酒 12℃~14℃;红葡萄酒、果酒 16℃~18℃;甜红葡萄酒、甜果酒 18℃~20℃。

其他特种葡萄酒、果酒可参照上述条件选择合适的温度范围,或在产品标准中自行规定。

3.2.3 顺序与编号

在一次品尝检查有多种类型样品时,其品尝顺序为:先白后红,先干后甜,先淡后浓,先新后老,先低度后高度。按顺序给样品编号,并在酒杯下部注明同样的编号。

3.2.4 倒酒

将调温后的酒瓶外部擦干净,小心开启瓶塞(盖),不使任何异物落入。将酒倒入洁净、干燥的品尝杯中,一般酒在杯中的高度为 1/4~1/3,含气葡萄酒的高度为 1/2~2/3。

3.3 感官检查与评定

3.3.1 外观

在适宜光线(非直射阳光)下,以手持杯底或用手握住玻璃杯柱,举杯齐眉,用眼观察杯中酒的色泽、透明度与澄清程度,有无沉淀及悬浮物;含气葡萄酒要观察起泡情况,做好详细记录。

3.3.2 香气

先在静止状态下多次用鼻嗅香,并摇动酒杯,使杯中酒样分布于杯壁上。慢慢地将酒杯置于鼻孔下方,嗅闻其挥发香气,分辨果香、酒香或有否其他异香,记录香气特征。

3.3.3 滋味

喝入适量试样于口中,尽量均匀分布于味觉区,仔细品尝,有了明确印象后咽下或部分咽下,再体会口感后味,记录口感特征。

3.3.4 典型性

根据外观、香气、滋味的特点综合分析,评定其类型、风格及典型性,写出结论意见(或评分)。

4 理化分析

本标准方法中所用的水,在没有注明其他要求时,应符合 GB/T 6682—2008 中三级(含三级)以上水要求。所用试剂,在未注明其他规格时,均指分析纯(AR)。配制的“溶液”,除另有说明,均指水溶液。

同一检测项目,有两个或两个以上分析方法时,实验室可根据各自条件选用,但以第一法为仲裁法。

4.1 总糖和还原糖

4.1.1 液相色谱法

4.1.1.1 原理

试样经固相萃取柱净化后,经反相色谱柱分离,液相色谱-示差折光检测器测定,外标法定量。

4.1.1.2 试剂和材料

4.1.1.2.1 乙腈:色谱纯。

4.1.1.2.2 甲醇:色谱纯。

4.1.1.2.3 葡萄糖:纯度 $\geq 99\%$ 。

4.1.1.2.4 果糖:纯度 $\geq 99\%$ 。

4.1.1.2.5 蔗糖:纯度 $\geq 99\%$ 。

4.1.1.2.6 水:GB/T 6682—2008 规定的一级水。

4.1.1.2.7 C_{18} 固相萃取柱:填料 500 mg,规格 6 mL。

4.1.1.2.8 糖混合标准储备液(20.0 g/L):分别准确称取经过 $96\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的葡萄糖、果糖和蔗糖各 1.0 g(精确至 0.1 mg),用水溶解并定容于 50 mL 容量瓶混匀, $0\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存,可贮藏一个月。

4.1.1.2.9 糖混合标准系列工作溶液:分别吸取糖混合标准储备液(4.1.1.2.8)0.50 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、5.0 mL 于 10 mL 容量瓶,加水定容混匀,配制成 1.0 g/L、2.0 g/L、4.0 g/L、6.0 g/L、10.0 g/L 浓度标准溶液。

4.1.1.3 仪器和设备

4.1.1.3.1 高效液相色谱仪:配有示差折光检测器。

4.1.1.3.2 分析天平:感量 0.1 mg。

4.1.1.3.3 固相萃取装置。

4.1.1.4 分析步骤

4.1.1.4.1 试样前处理

依次用 10 mL 甲醇、10 mL 水活化 C_{18} 固相萃取柱,取试样 10 mL,加入到 C_{18} 固相萃取柱上,弃去前 4 mL 滤液,收集 2 mL 滤液过 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 水相微孔滤膜,用水将过滤后样品准确稀释一定的倍数,使试样中的各糖组分的含量在标准曲线范围内,供液相色谱测定。

4.1.1.4.2 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱:氨基柱($4.6\text{ mm} \times 250\text{ mm}, 5\text{ }\mu\text{m}$)或采用同等效果色谱柱;
- b) 流动相:乙腈+水=76+24(体积比);
- c) 流速:0.8 mL/min;
- d) 柱温: $30\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- e) 进样量:20 μL ;
- f) 检测器温度: $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.1.1.4.3 标准工作曲线的绘制

将糖混合标准系列工作溶液(4.1.1.2.9)按上述液相色谱参考条件测定,以各糖标准工作液的浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标绘制标准工作曲线,定性色谱图参见附录 A。

4.1.1.4.4 试样测定

将 4.1.1.4.1 制备的试样注入高效液相色谱仪中,根据各糖标准品的保留时间,与待测样品中组分

的保留时间进行定性,记录样品中各糖的峰面积,由标准工作曲线计算样品中的各糖的含量。

4.1.1.5 结果计算

试样中葡萄糖、果糖和蔗糖的含量按式(1)计算。

$$X_i = c_i \times n \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X_i ——试样中各种糖的含量,单位为克每升(g/L);

c_i ——测定液中各种糖的含量,单位为克每升(g/L);

n ——稀释倍数。

试样中总糖(以葡萄糖计)的含量按式(2)计算。

$$X = X_1 + X_2 + 1.05X_3 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X ——试样中总糖的含量(以葡萄糖计),单位为克每升(g/L);

X_1 ——试样中葡萄糖的含量,单位为克每升(g/L);

X_2 ——试样中果糖的含量,单位为克每升(g/L);

X_3 ——试样中蔗糖的含量,单位为克每升(g/L)。

1.05——蔗糖水解为还原糖的换算系数。

计算结果表示到小数点后一位。

4.1.1.6 精密度

在重复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5%。

4.1.1.7 检出限

果糖、葡萄糖、蔗糖检出限分别为0.10 g/L、0.16 g/L、0.16 g/L。

4.1.2 费林试剂直接滴定法

4.1.2.1 原理

利用费林溶液与还原糖共沸,生成氧化亚铜沉淀的反应,以次甲基蓝为指示液,以样品或经水解后的样品滴定煮沸的费林溶液,达到终点时,稍微过量的还原糖将蓝色的次甲基蓝还原为无色,以示终点。根据样品消耗量求得总糖或还原糖的含量。

4.1.2.2 试剂和溶液

4.1.2.2.1 盐酸溶液(1+1,体积比):量取50 mL水,缓慢加入到50 mL浓盐酸中混匀。

4.1.2.2.2 氢氧化钠溶液(200 g/L):称取200 g氢氧化钠,用水溶解并定容至1000 mL混匀。

4.1.2.2.3 葡萄糖标准溶液(2.5 g/L):称取在105℃~110℃烘箱内烘干3 h并在干燥器中冷却的无水葡萄糖2.5 g(精确至0.1 mg),用水溶解并定容至1000 mL混匀。

4.1.2.2.4 次甲基蓝指示液(10 g/L):称取1.0 g次甲基蓝,用水溶解并定容至100 mL混匀。

4.1.2.2.5 费林溶液(I、II)。

费林溶液按下列方法配制、标定、计算:

a) 配制

1) 费林溶液 I:称取34.7 g硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),用水溶解并定容至500 mL混匀;

2) 费林溶液 II:称取173 g酒石酸钠($\text{C}_4\text{H}_4\text{KNaO}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)和50 g氢氧化钠,用水溶解并

定容至 500 mL 混匀。

b) 标定

- 1) 预备试验:吸取费林溶液 I、II 各 5.00 mL 于 250 mL 三角瓶中,加 50 mL 水,摇匀,在电炉上加热至沸,在沸腾状态下用葡萄糖标准溶液(4.1.2.2.3)滴定,当溶液的蓝色将消失呈红色时,加 2 滴次甲基蓝指示液,继续滴至蓝色消失,记录消耗葡萄糖标准溶液的体积;
- 2) 正式试验:吸取费林溶液 I、II 各 5.00 mL 于 250 mL 三角瓶中,加 50 mL 水和比预备试验少 1 mL 的葡萄糖标准溶液(4.1.2.2.3),加热至沸,并保持 2 min,加 2 滴次甲基蓝指示液,在沸腾状态下于 1 min 内用葡萄糖标准溶液滴至终点,记录消耗葡萄糖标准溶液的总 体积(V)。

c) 计算

费林溶液 I、II 各 5 mL 相当于葡萄糖的克数按式(3)计算。

$$F = \frac{m}{1\ 000} \times V \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

F ——费林溶液 I、II 各 5 mL 相当于葡萄糖的克数,单位为克(g);

m ——称取无水葡萄糖的质量,单位为克(g);

V ——消耗葡萄糖标准溶液的总 体积,单位为毫升(mL)。

4.1.2.3 试样的制备

4.1.2.3.1 测总糖用试样:准确吸取一定量的样品(V_1)于 100 mL 容量瓶中,使之所含总糖量为 0.2 g~0.4 g,加 5 mL 盐酸溶液(4.1.2.2.1),加水至 20 mL,摇匀。于(68±1) °C 水浴上水解 15 min,取出,冷却。用氢氧化钠溶液(4.1.2.2.2)中和至中性,加水定容混匀(V_2),备用。

4.1.2.3.2 测还原糖用试样:准确吸取一定量的样品(V_1)于 100 mL 容量瓶中,使之所含还原糖量为 0.2 g~0.4 g,加水定容混匀,备用。

4.1.2.4 分析步骤

以试样(4.1.2.3)代替葡萄糖标准溶液,按 4.1.2.2.5 b) 同样操作,记录消耗试样的体积(V_3),结果按式(5)计算。

测定干葡萄酒或含糖量较低的半干葡萄酒,先吸取一定量样品(V_3)于事先装有费林溶液 I、II 各 5.0 mL 的 250 mL 三角瓶中,再用葡萄糖标准溶液按 4.1.2.2.5 b) 操作,记录消耗葡萄糖标准溶液的 体积(V),结果按式(4)计算。

4.1.2.5 结果计算

干葡萄酒、半干葡萄酒总糖或还原糖的含量按式(4)计算,其他葡萄酒按式(5)计算。

$$X_1 = \frac{F - \rho \times V}{(V_1/V_2) \times V_3} \times 1\ 000 \quad \dots\dots\dots(4)$$

$$X_2 = \frac{F}{(V_1/V_2) \times V_3} \times 1\ 000 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

X_1 ——干葡萄酒、半干葡萄酒总糖或还原糖的含量,单位为克每升(g/L);

F ——费林溶液 I、II 各 5 mL 相当于葡萄糖的克数,单位为克(g);

ρ ——葡萄糖标准溶液的质量浓度,单位为克每毫升(g/mL);

V ——消耗葡萄糖标准溶液的 体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——吸取样品的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——样品稀释后或水解定容的体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——消耗试样的体积,单位为毫升(mL);

X_2 ——其他葡萄酒总糖或还原糖的含量,单位为克每升(g/L)。

计算结果表示到小数点后一位。

4.1.2.6 精密度

在重复性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5%。

4.1.3 费林试剂-间接碘量电位滴定法

4.1.3.1 原理

用中性乙酸铅将试样进行澄清处理,费林溶液与还原糖共沸,在碱性溶液中将铜离子还原成亚铜离子,加入过量碘化钾溶液,亚铜离子可将 I^- 氧化为 I_2 ,之后由硫代硫酸钠溶液滴定生成的 I_2 ,用氧化还原电极测出氧化还原反应中电动势的变化,电动势变化斜率最大时为反应终点,根据硫代硫酸钠溶液的消耗量计算试样中总糖的含量。

4.1.3.2 试剂和溶液

4.1.3.2.1 硫代硫酸钠溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0.1 \text{ mol/L}$]:按照 GB/T 601 配制,也可以使用商品化的硫代硫酸钠溶液。

4.1.3.2.2 淀粉指示液(5 g/L):将 5 g 淀粉加入到 500 mL 水中,搅拌、加热至沸腾并保持 10 min 后,加入 200 g 氯化钠,待冷却后加水定容至 1 000 mL 混匀。

4.1.3.2.3 费林溶液:同 4.1.2.2.5 a)。

4.1.3.2.4 碘化钾溶液(200 g/L):称取 50 g 碘化钾,用水溶解并定容至 250 mL 混匀。

4.1.3.2.5 硫酸溶液(1+5,体积比):按 1:5(体积比)的比例用水稀释浓硫酸。

4.1.3.2.6 盐酸溶液(1+1,体积比):同 4.1.2.2.1。

4.1.3.2.7 氢氧化钠溶液(500 g/L):称取 500 g 氢氧化钠,用水溶解并定容至 1 000 mL 混匀。

4.1.3.2.8 中性乙酸铅饱和溶液(500 g/L):称取中性乙酸铅($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)250 g,加至 500 mL,加热搅拌至全部溶解,冷却至室温后使用。

4.1.3.2.9 磷酸氢二钠溶液(70 g/L):称取 70 g 磷酸氢二钠,用水溶解并定容至 1 000 mL 混匀。

4.1.3.2.10 葡萄糖标准溶液(2.5 g/L):同 4.1.2.2.3。

4.1.3.3 仪器

4.1.3.3.1 电位滴定仪:配加液器、搅拌器。

4.1.3.3.2 复合铂电极。

4.1.3.3.3 恒温水浴锅:精度 $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

4.1.3.3.4 电炉。

4.1.3.4 分析步骤

4.1.3.4.1 葡萄糖标准的滴定

准确吸取 10 mL 葡萄糖标准溶液(4.1.3.2.10)、费林溶液 I、II(4.1.3.2.3)各 5 mL 于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,煮沸 2 min,冷却后加入 10 mL 碘化钾溶液(4.1.3.2.4)、5 mL 硫酸溶液(4.1.3.2.5),

在合适的速度下搅拌,用硫代硫酸钠溶液(4.1.3.2.1)进行电位滴定,电动势变化斜率最大时为反应终点,记录硫代硫酸钠溶液的消耗体积 V_1 。

4.1.3.4.2 试样制备

测定总糖和还原糖的试样制备方法如下:

- a) 测定总糖用试样:准确吸取一定量的试样于 100 mL 容量瓶中,使之所含总糖量为 0.1 g~0.5 g,加水至 50 mL 混匀后,加入 2 mL 中性乙酸铅饱和溶液(4.1.3.2.8)摇匀,静置 5 min 后加入 3 mL 磷酸氢二钠溶液(4.1.3.2.9)摇匀,用水定容至 100 mL 混匀,静置一定时间使试样澄清。准确吸取 10 mL 试样上清液于烧杯中,加入 5 mL 盐酸溶液(4.1.3.2.6),加入 5 mL 水,(68±1) °C 水浴 15 min,冷却后,用氢氧化钠溶液(4.1.3.2.7)调至 pH=6~8。
- b) 测定还原糖用试样:准确吸取一定量的试样于 100 mL 容量瓶中,使之所含总糖量为 0.1 g~0.5 g,加水至 50 mL 混匀后,加入 2 mL 中性乙酸铅饱和溶液(4.1.3.2.8)摇匀,静置 5 min 后加入 3 mL 磷酸氢二钠溶液(4.1.3.2.9)摇匀,用水定容至 100 mL 混匀,静置一定时间使试样澄清,准确吸取 10 mL 试样上清液于烧杯中,加入 10 mL 水混匀。

4.1.3.4.3 试样的滴定

准确加入费林溶液 I、II 各 5 mL 于上述 4.1.3.4.2 制备的试样中,煮沸 2 min,冷却后加入 10 mL 碘化钾溶液(4.1.3.2.4)、5 mL 硫酸溶液(4.1.3.2.5),在合适的速度下搅拌,用硫代硫酸钠溶液(4.1.3.2.1)进行电位滴定,电动势变化斜率最大时为反应终点,记录硫代硫酸钠溶液的消耗体积 V_2 。

4.1.3.4.4 空白实验

准确吸取费林溶液 I、II (4.1.3.2.3)各 5 mL 于 150 mL 烧杯中,加 30 mL 水,煮沸 2 min,冷却后,加入 10 mL 碘化钾溶液(4.1.3.2.4),加入 5 mL 硫酸溶液(4.1.3.2.5),在合适的搅拌速度下,用硫代硫酸钠溶液(4.1.3.2.1)进行电位滴定,电动势变化斜率最大时为反应终点,记录硫代硫酸钠溶液的消耗体积 V_0 。

4.1.3.5 结果计算

试样中总糖或还原糖含量按式(6)计算。

$$X = \frac{V_0 - V_2}{V_0 - V_1} \times \rho \times n \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

- X ——试样中总糖或还原糖含量,单位为克每升(g/L);
- V_0 ——空白试验时,消耗硫代硫酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——葡萄糖标准溶液测定时,消耗硫代硫酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——试样测定时,消耗硫代硫酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL);
- ρ ——葡萄糖标准溶液的质量浓度,单位为克每升(g/L);
- n ——试样稀释倍数。

计算结果表示到小数点后一位。

4.1.3.6 精密度

在重复性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 5%。

4.1.4 费林试剂-间接碘量滴定法

4.1.4.1 原理

用中性乙酸铅将试样进行澄清处理,费林溶液与还原糖共沸,在碱性溶液中将铜离子还原成亚铜离子,加入过量碘化钾溶液,亚铜离子可将 I^- 氧化为 I_2 ,之后由硫代硫酸钠溶液滴定生成的 I_2 ,颜色变化的突跃点为滴定终点,根据硫代硫酸钠溶液的消耗量计算试样中总糖的含量。

4.1.4.2 试剂和溶液

同 4.1.3.2。

4.1.4.3 仪器与材料

4.1.4.3.1 电炉。

4.1.4.3.2 恒温水浴:精度 $\pm 1^\circ C$ 。

4.1.4.4 分析步骤

4.1.4.4.1 葡萄糖标准溶液的滴定

吸取 10 mL 葡萄糖标准溶液(4.1.3.2.10)、费林溶液 I、II(4.1.3.2.3)各 5 mL 于 150 mL 三角瓶中,加入 20 mL 水,煮沸 2 min,冷却后,加入 10 mL 碘化钾溶液(4.1.3.2.4)、5 mL 硫酸溶液(4.1.3.2.5),用硫代硫酸钠溶液(4.1.3.2.1)进行滴定,当溶液颜色逐渐变为淡黄色时,滴定接近终点,加入 1 mL 淀粉指示液(4.1.3.2.2)后溶液为暗淡灰色,继续滴定至该颜色消失,记录的消耗体积 V_1 。

4.1.4.4.2 试样制备

同 4.1.3.4.2。

4.1.4.4.3 试样的滴定

准确加入费林溶液 I、II(4.1.3.2.3)各 5 mL 于上述 4.1.3.4.2 制备的试样中,冷却后,加入 10 mL 碘化钾溶液(4.1.3.2.4),加入 5 mL 硫酸溶液(4.1.3.2.5),用硫代硫酸钠溶液(4.1.3.2.1)进行滴定,当溶液颜色逐渐变为淡黄色时,滴定接近终点,加入 1 mL 淀粉指示液(4.1.3.2.2)后溶液为暗淡灰色,继续滴定至该颜色消失,记录消耗的体积 V_2 。

4.1.4.4.4 空白实验

准确吸取费林溶液 I、II(4.1.3.2.3)各 5 mL 于 150 mL 三角瓶中,加 30 mL 水,煮沸 2 min,冷却后,加入 10 mL 碘化钾溶液(4.1.3.2.4),加入 5 mL 硫酸溶液(4.1.3.2.5),用硫代硫酸钠溶液(4.1.3.2.1)进行滴定,当溶液颜色逐渐变为淡黄色时,滴定接近终点,加入 1 mL 淀粉指示液溶液为暗淡灰色,继续滴定至该颜色消失,记录消耗的体积 V_0 。

4.1.4.5 结果计算

同 4.1.3.5。

4.1.4.6 精密度

在重复性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 5%。

4.2 干浸出物

4.2.1 原理

用密度瓶法测定试样或蒸出酒精后的试样的密度,然后用其密度值查附录 B,求得总浸出物的含量。再从中减去总糖的含量,即得干浸出物的含量。

4.2.2 仪器和设备

4.2.2.1 瓷蒸发皿:200 mL。

4.2.2.2 恒温水浴:精度 ± 0.1 °C。

4.2.2.3 附温度计密度瓶:25 mL 或 50 mL。

4.2.2.4 全玻璃蒸馏器:500 mL。

4.2.3 试样的制备

方法一:用 100 mL 容量瓶量取 100 mL 试样(液温 20 °C),倒入 200 mL 瓷蒸发皿中,于水浴上蒸发至约为原体积的 1/3 取下,冷却后,将残液小心地移入原容量瓶中,用水多次荡洗蒸发皿,洗液并入容量瓶中,于 20 °C 用水定容混匀。

方法二:用 100 mL 容量瓶准确量取 100 mL 样品(液温 20 °C)于 500 mL 蒸馏瓶中,用 50 mL 水分 3 次冲洗容量瓶,洗液全部并入蒸馏瓶中,再加几颗玻璃珠,连接冷凝器,以取样用的原容量瓶作接收器。开启冷却水,缓慢加热蒸馏,收集馏出液接近刻度,取下容量瓶,将蒸出酒精后蒸馏瓶中的残液,在 20 °C 时以水定容至 100 mL 混匀。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 试样中总浸出物含量的计算(方法一)

4.2.4.1.1 蒸馏水质量的测定

蒸馏水质量的测定方法如下:

- 将密度瓶洗净并干燥,带温度计和侧孔罩称量。重复干燥和称量,直至恒重(m)。
- 取下温度计,将煮沸冷却至 15 °C 左右的蒸馏水注满恒重的密度瓶,插上带温度计的瓶塞,瓶中不得有气泡。将密度瓶浸入 20.0 °C \pm 0.1 °C 的恒温水浴中,待内容物温度达 20 °C,并保持 10 min 不变后,用滤纸吸去侧管溢出的液体,使侧管中的液面与侧管管口齐平,立即盖好侧孔罩,取出密度瓶,用滤纸擦干瓶壁上的水,立即称量(m_1)。

4.2.4.1.2 试样质量的测量

将密度瓶中的水倒出,用 4.2.3 制备的脱醇试样反复冲洗密度瓶 3 次~5 次,然后装满,按 4.2.4.1.1 b) 同样操作,称量(m_2)。

4.2.4.1.3 总浸出物含量计算

按式(7)和式(8)计算出脱醇试样 20 °C 时的密度 ρ_1 :以 $\rho_1 \times 1.00180$ 的值,查附录 B,得出试样的总浸出物含量(g/L)。

$$\rho_1 = \frac{m_2 - m + A}{m_1 - m + A} \times \rho_0 \quad \dots\dots\dots(7)$$

$$A = \rho_a \times \frac{m_1 - m}{997.0} \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

- ρ_1 ——试样在 20 °C 时的密度,单位为克每升(g/L);
 m ——密度瓶的质量,单位为克(g);
 m_1 ——20 °C 时密度瓶与水的质量,单位为克(g);
 m_2 ——20 °C 时密度瓶与试样的质量,单位为克(g);
 ρ_0 ——20 °C 时蒸馏水的密度(998.20 g/L);
 A ——空气浮力校正值;
 ρ_a ——干燥空气在 20 °C、1 013.25 hPa 时的密度值(≈ 1.2 g/L);
 997.0 ——在 20 °C 时蒸馏水与干燥空气密度值之差,单位为克每升(g/L)。

4.2.4.2 试样中总浸出物含量的计算(方法二)

4.2.4.2.1 蒸馏水质量的测定

同 4.2.4.1.1。

4.2.4.2.2 试样质量的测量

将密度瓶中的水倒出,直接采用未经处理的含醇试样反复冲洗密度瓶 3 次~5 次,然后装满,按 4.2.4.1.1 b) 同样操作,称量(m_2)。

4.2.4.2.3 结果计算

按式(7)和式(8)计算出未经处理的含醇试样 20 °C 时的密度 ρ_B ,按式(9)计算出脱醇试样 20 °C 时的密度 ρ_2 ,以 ρ_2 查附录 B,得出总浸出物含量(g/L)。

$$\rho_2 = 1.001\ 80(\rho_B - \rho) + 1\ 000 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

- ρ_2 ——脱醇试样 20 °C 时的密度,单位为克每升(g/L);
 ρ_B ——含醇试样 20 °C 时的密度,单位为克每升(g/L);
 ρ ——与含醇试样含有同样酒精度的酒精水溶液在 20 °C 时的密度[该值可用 GB 5009.225—2016 中第一法(密度瓶法)测出的酒精密度代入,也可用 GB 5009.225—2016 中第二法(酒精计法)和第三法(气相色谱法)测定的酒精度查 GB 5009.225—2016 的附录 A 得出的密度代入],单位为克每升(g/L)。

1.001 80——20 °C 时密度瓶体积的修正系数。

计算结果保留至小数点后一位。

4.2.5 干浸出物含量的计算

当采用滴定法测定试样中总糖和还原糖时,按式(10)计算。

$$X = X_1 - [X_1 + (X_3 - X_2) \times 0.95] \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

- X ——试样中干浸出物的含量,单位为克每升(g/L);
 X_1 ——试样中总浸出物的含量,单位为克每升(g/L);
 X_2 ——试样中还原糖的含量,单位为克每升(g/L);
 X_3 ——试样中总糖的含量,单位为克每升(g/L);

0.95——蔗糖水解为还原糖换算为蔗糖的系数。

当采用液相色谱法测定试样中葡萄糖、果糖和蔗糖时,按式(11)计算。

$$X = X_1 - X_4 - X_5 - X_6 \dots\dots\dots(11)$$

式中:

X ——试样中干浸出物的含量,单位为克每升(g/L);

X_1 ——试样中总浸出物的含量,单位为克每升(g/L);

X_4 ——试样中葡萄糖的含量,单位为克每升(g/L);

X_5 ——试样中果糖的含量,单位为克每升(g/L);

X_6 ——试样中蔗糖的含量,单位为克每升(g/L)。

计算结果表示到小数点后一位。

4.2.6 精密度

在重复性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 2%。

4.3 总酸

4.3.1 电位滴定法

4.3.1.1 原理

利用酸碱中和原理,用氢氧化钠标准滴定溶液直接滴定试样中的有机酸,以 $\text{pH}=8.2$ 为电位滴定终点,根据消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,计算试样的总酸含量。

4.3.1.2 试剂和溶液

4.3.1.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.05 \text{ mol/L}$]:按 GB/T 601 配制与标定。或购买具有证书的国家标准溶液。

4.3.1.3 仪器和设备

4.3.1.3.1 电位滴定仪(或酸度计):精度 0.01 pH,带搅拌器。

4.3.1.3.2 恒温水浴:精度 $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$,带振荡装置。

4.3.1.4 试样的制备

吸取约 60 mL 试样于 100 mL 锥形瓶中,将锥形瓶置于 $40 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0.1 \text{ }^\circ\text{C}$ 振荡水浴中恒温 30 min,取出,冷却至室温。

注:试样的制备只针对含气产品,目的是排除二氧化碳。

4.3.1.5 分析步骤

4.3.1.5.1 仪器校正

按仪器使用说明书校正仪器。

4.3.1.5.2 样品测定

吸取试样 10.00 mL 于 100 mL 烧杯中,加 50 mL 水,插入电极,开始搅拌,用氢氧化钠标准滴定溶液(4.3.1.2.1)滴定,开始时滴定速度可稍快,当试样 $\text{pH}=7.0$ 后,以动态滴定速度滴定直至 $\text{pH}=8.2$ 为其终点,记录消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积。同时做空白试验。

4.3.1.6 结果计算

试样中总酸的含量按式(12)计算。

$$X = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times 75}{V_2} \dots\dots\dots (12)$$

式中：

- X ——试样中总酸的含量(以酒石酸计),单位为克每升(g/L);
 - c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 - V₀ ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 - V₁ ——试样滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 - V₂ ——吸取试样的体积,单位为毫升(mL);
 - 75 ——以酒石酸计的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)。
- 计算结果表示到小数点后一位。

4.3.1.7 精密度

在重复性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 3%。

4.3.2 指示剂法

4.3.2.1 原理

利用酸碱滴定原理,用氢氧化钠标准滴定溶液直接滴定试样中的有机酸,以酚酞作指示剂确定滴定终点,根据消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,计算试样的总酸含量。

4.3.2.2 试剂和溶液

4.3.2.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=0.05 mol/L]:同 4.3.1.2.1。

4.3.2.2.2 酚酞指示液(10 g/L):按 GB/T 603 配制。

4.3.2.3 分析步骤

吸取试样 2 mL~5 mL(取样量可根据酒的颜色深浅而增减),置于 250 mL 锥形瓶中,加水 50 mL,同时加入 2 滴酚酞指示液,摇匀后,立即用氢氧化钠标准滴定溶液(4.3.2.2.1)滴定至终点,并保持 30 s 内不变色,记录消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,同时做空白试验。

4.3.2.4 结果计算

同 4.3.1.6。

4.3.2.5 精密度

在重复性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 5%。

4.4 挥发酸

4.4.1 指示剂法

4.4.1.1 原理

以蒸馏的方式蒸出试样中的低沸点酸类即挥发酸,用碱标准溶液进行滴定,再测定游离二氧化硫和结合二氧化硫,通过计算与修正,得出试样中挥发酸的总量。

4.4.1.2 试剂与溶液

4.4.1.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=0.05 mol/L]:同 4.3.1.2.1。

4.4.1.2.2 酚酞指示液(10 g/L):按 GB/T 603 配制。

4.4.1.2.3 盐酸溶液(1+3,体积比):按照 1:3(体积比)将浓盐酸用水稀释。

4.4.1.2.4 碘标准滴定溶液 $\left[c\left(\frac{1}{2}I_2\right) = 0.005 \text{ mol/L} \right]$:按 GB/T 601 配制与标定,并准确稀释。或购买具有证书的国家标准溶液。

4.4.1.2.5 碘化钾。

4.4.1.2.6 淀粉指示液(5 g/L):同 4.1.3.2.2。

4.4.1.2.7 硼酸钠饱和溶液:称取 5 g 硼酸钠($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$)溶于 100 mL 热水中,冷却备用。

4.4.1.3 仪器和设备

4.4.1.3.1 快速蒸馏器或具有相同功能的设备。

4.4.1.3.2 玻璃蒸馏装置。

4.4.1.4 分析步骤

4.4.1.4.1 试样蒸馏

蒸馏方式一:安装好玻璃蒸馏装置,吸取 10 mL 试样(V)在玻璃蒸馏装置上进行蒸馏,收集 250 mL 馏出液。

蒸馏方式二:吸取 20 mL 试样(V)于快速蒸馏器上,进行蒸馏,收集 250 g 馏出液。

4.4.1.4.2 试样测定

在馏出液后立即加入 2 滴酚酞指示液(4.4.1.2.2),用氢氧化钠标准滴定溶液(4.4.1.2.1)滴定至粉红色,30 s 内不变色即为终点,记下消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积 V_1 。同时根据试样的蒸馏方式做试剂空白。

4.4.1.4.3 游离二氧化硫测定

于上述溶液中加入 1 滴盐酸溶液(4.4.1.2.3)酸化,加 2 mL 淀粉指示液(4.4.1.2.6)和几粒碘化钾(4.4.1.2.5),混匀后用碘标准滴定溶液(4.4.1.2.4)滴定,记录碘标准滴定溶液消耗的体积 V_2 。

4.4.1.4.4 结合二氧化硫测定

在上述溶液中加入硼酸钠饱和溶液(4.4.1.2.7),至溶液显粉红色,继续用碘标准滴定溶液(4.4.1.2.4)滴定,至溶液呈蓝色,记录碘标准滴定溶液消耗的体积 V_3 。

4.4.1.5 结果计算

试样中实测挥发酸的含量按式(13)计算。

$$X_1 = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times 60}{V} \dots\dots\dots(13)$$

式中:

X_1 ——试样中实测挥发酸的含量(以乙酸计),单位为克每升(g/L);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V ——吸取试样的体积,单位为毫升(mL);

60——以乙酸计的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)。

若挥发酸含量接近或超过理化指标时,则需要修正。修正时,按式(14)换算。

$$X = X_1 - \frac{c_2 \times V_2 \times 32 \times 1.875}{V} - \frac{c_2 \times V_3 \times 32 \times 0.9375}{V} \dots\dots\dots(14)$$

式中:

X ——试样中真实挥发酸含量(以乙酸计)含量,单位为克每升(g/L);

X_1 ——实测挥发酸含量(以乙酸计),单位为克每升(g/L);

c_2 ——碘标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——吸取试样的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定游离二氧化硫消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——测定结合二氧化硫消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

32 ——二氧化硫的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

1.875 ——1 g 游离二氧化硫相当于乙酸的质量,单位为克(g);

0.9375 ——1 g 结合二氧化硫相当于乙酸的质量,单位为克(g)。

注:若挥发酸含量接近或超过理化指标时,并且样品中含有山梨酸时,还应扣除山梨酸的影响,按照每 100 mg 山梨酸相当于 0.053 g 乙酸进行计算,山梨酸含量按照 GB 5009.28 进行检测。

计算结果表示到小数点后一位。

4.4.1.6 精密度

在重复性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 5%。

4.4.2 电位滴定法

4.4.2.1 原理

以蒸馏的方式蒸出试样中的低沸点酸类即挥发酸,利用酸碱中和原理,用碱标准溶液滴定馏出液,以 pH=8.2 为电位滴定终点,根据消耗碱标准滴定溶液的体积,计算试样的挥发酸含量,再测定游离二氧化硫和结合二氧化硫,通过计算与修正,得出试样中挥发酸的总量。

4.4.2.2 试剂和材料

同 4.4.1.2。

4.4.2.3 仪器

4.4.2.3.1 电位滴定仪(或酸度计):精度 0.01 pH,附搅拌装置。

4.4.2.3.2 蒸馏装置。

4.4.2.4 分析步骤

4.4.2.4.1 仪器校正

按仪器使用说明书校正仪器。

4.4.2.4.2 样品蒸馏

同 4.4.1.4.1。

4.4.2.4.3 试样测定

在馏出液中插入电极,开始搅拌,用氢氧化钠标准滴定溶液(4.4.1.2.1)滴定,开始时滴定速度可稍快,当试样 pH=7.0 后,以动态滴定速度滴定直至 pH=8.2 为其终点,记录消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积。同时做空白试验。

4.4.2.5 结果计算

同 4.4.1.5。

4.4.2.6 精密度

同 4.4.1.6。

4.5 柠檬酸

4.5.1 原理

试样用水稀释后,经反相色谱柱分离,液相色谱-紫外检测器测定,外标法定量。

4.5.2 试剂和材料

本方法中所用的水应符合 GB/T 6682—2008 中一级水的规格。

4.5.2.1 磷酸。

4.5.2.2 氢氧化钠溶液 [$c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$]:按 GB/T 601 配制,并准确稀释。

4.5.2.3 磷酸二氢钾水溶液 (0.02 mol/L):称取 2.72 g 磷酸二氢钾 (KH_2PO_4),用水溶解并定容至 1 000 mL,用磷酸(4.5.2.1)调至 $\text{pH}=2.9$,经 $0.45 \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤。

4.5.2.4 无水柠檬酸:纯度 $\geq 99\%$ 。

4.5.2.5 柠檬酸标准储备溶液 (1.0 g/L):称取无水柠檬酸(4.5.2.4)0.05 g(精确至 0.1 mg),用氢氧化钠溶液(4.5.2.2)溶解并定容至 50 mL 混匀,配制成的标准储备液于 $0 \text{ }^\circ\text{C} \sim 4 \text{ }^\circ\text{C}$ 低温冰箱密封保存。

4.5.2.6 柠檬酸系列标准工作液:将柠檬酸标准储备溶液(4.5.2.5)用氢氧化钠溶液(4.5.2.2)稀释成浓度分别为 0.05 g/L、0.10 g/L、0.20 g/L、0.40 g/L、0.80 g/L 的标准系列溶液。

4.5.3 仪器和设备

4.5.3.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器。

4.5.3.2 分析天平:感量 0.1 mg。

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 试样的制备

准确吸取 10.00 mL 试样,用水定容至 100 mL 混匀,经 $0.45 \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤后,备用。

4.5.4.2 液相参考色谱条件

液相参考色谱条件如下:

- 色谱柱: C_{18} 色谱柱 (4.6 mm \times 250 mm, 5 μm) 或采用同效果色谱柱;
- 柱温:室温。
- 流动相:磷酸二氢钠溶液 (0.02 mol/L) (4.5.2.3)。
- 流速:1.0 mL/min。
- 检测波长:214 nm。
- 进样量:10 μL 。

4.5.4.3 标准工作曲线

将柠檬酸混合标准系列工作溶液(4.5.2.6)按上述液相参考条件测定,以柠檬酸标准工作液的

浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标绘制标准工作曲线。

4.5.4.4 试样测定

将 4.5.4.1 制备的试样注入液相色谱仪进样测定,根据柠檬酸标准品的保留时间,与待测试样中组分的保留时间进行定性,记录试样中柠檬酸的峰面积,由标准工作曲线得出待测液中柠檬酸含量。

4.5.5 结果计算

试样中柠檬酸的含量按式(15)计算。

$$X = c \times n \quad \dots\dots\dots (15)$$

式中:

X —— 试样中柠檬酸的含量,单位为克每升(g/L);

c —— 从标准曲线求得待测溶液中柠檬酸的含量,单位为克每升(g/L);

n —— 试样的稀释倍数。

计算结果表示到小数点后一位。

4.5.6 精密度

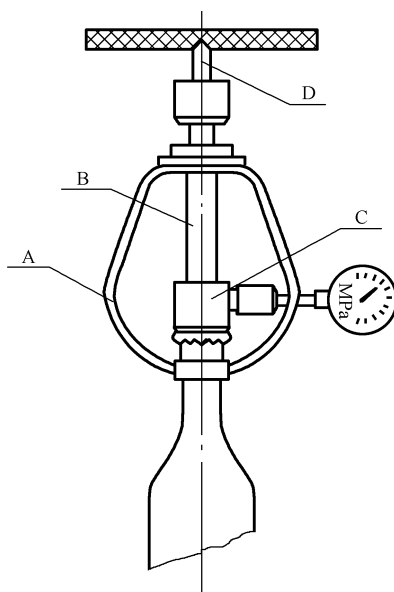
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。

4.6 二氧化碳

4.6.1 压力测定器法

4.6.1.1 仪器

起泡葡萄酒、葡萄汽酒压力测定器见图 2。



说明:

A —— 三爪;

B —— 螺杆;

C —— 采气罩;

D —— 直柄麻花钻。

图 2 起泡葡萄酒、葡萄汽酒压力测定器

4.6.1.2 分析步骤

4.6.1.2.1 调温:将被测试样在 20 ℃水浴(或恒温箱)中保温 2 h。

4.6.1.2.2 测量:将仪器的三爪(图 2 中的 A)套在酒瓶的颈上,调节螺杆(图 2 中的 B)使采气罩(图 2 中的 C)与瓶盖密合。将直柄麻花钻(图 2 中的 D)插入,密封。手持麻花钻柄,向下旋转,将瓶盖(软木塞)钻透,摇动酒瓶,待压力表指针稳定后,记录其压力。

计算结果表示到小数点后两位。

4.6.1.3 精密度

在重复性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%。

4.6.2 二氧化碳分析仪法

4.6.2.1 原理

使用过压方式,将含气产品直接压入二氧化碳分析仪的测量池,确保进样过程中二氧化碳不损失。通过测量池内置的压力和温度传感器,测量试样的压力和温度,并通过多体积膨胀法去除试样中溶解的非二氧化碳气体的影响。基于亨利定律,仪器自动计算出二氧化碳的浓度。

4.6.2.2 仪器

4.6.2.2.1 二氧化碳分析仪。

4.6.2.2.2 过压进样装置。

4.6.2.3 分析步骤

4.6.2.3.1 试样制备

摇晃酒瓶,使二氧化碳在气液之间达到平衡。

4.6.2.3.2 仪器检查

按分析系统的使用说明,使用去离子水或二次蒸馏水对二氧化碳分析仪进行检查,在(0±0.05)g/L 范围内,即可开始测量,将试样过压导入测量池后进行测定。仪器自动显示并保存二氧化碳的浓度。

4.6.2.4 结果计算

20 ℃下,试样的压力值 p ,按式(16)计算。

$$p = \frac{X}{1.951 \times 10^{-5} \times (0.86 - 0.01\varphi) \times (1 - 0.00144\rho)} - p_{\text{atm}} \quad \dots\dots\dots(16)$$

式中:

p ——20 ℃下的试样的压力值,单位为帕(Pa);

X ——试样中二氧化碳的含量,单位为克每升(g/L);

φ ——试样中酒精的浓度,% vol;

ρ ——试样中总糖的质量浓度,单位为克每升(g/L);

p_{atm} ——20 ℃下大气压力值(101 325 Pa)。

计算结果表示到小数点后两位。

4.6.2.5 精密度

在重复性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%。

4.7 铁

4.7.1 原子吸收分光光度法

4.7.1.1 原理

将处理后的试样导入原子吸收分光光度计中,在乙炔-空气火焰中,试样中的铁被原子化,基态原子铁吸收特征波长(248.3 nm)的光,吸收量的大小与试样中铁原子浓度成正比,测其吸光度,求得铁含量。

4.7.1.2 试剂和溶液

本方法中所用的水应符合 GB/T 6682—2008 中二级水的规格,所有试剂为优级纯(GR)。

4.7.1.2.1 硝酸溶液(0.8%,体积分数):量取 8 mL 硝酸,用水稀释至 1000 mL。

4.7.1.2.2 铁标准储备液(1 mL 溶液含有 0.1 mg 铁):按 GB/T 602 配制。或购买有证书的国家标准物质。

4.7.1.2.3 铁标准使用液(1 mL 溶液含有 10 μg 铁):吸取 10.00 mL 铁标准储备液于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.7.1.2.1)稀释至刻度。

4.7.1.2.4 铁标准系列工作液:吸取铁标准使用液(4.7.1.2.3)0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、5.00 mL(含铁 0.0 μg、10 μg、20 μg、40 μg、50 μg)分别于 5 个 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.7.1.2.1)稀释至刻度,混匀。该系列用于标准工作曲线的绘制。

4.7.1.3 仪器

原子吸收分光光度计:备有铁空心阴极灯。

4.7.1.4 试样的制备

用硝酸溶液(4.7.1.2.1)准确稀释试样至 5~10 倍,摇匀,备用。

4.7.1.5 分析步骤

4.7.1.5.1 标准工作曲线的绘制:置仪器于合适的工作状态,调波长至 248.3 nm,导入铁标准系列工作液(4.7.1.2.4),以零管调零,分别测定其吸光度。以铁的含量对应吸光度绘制标准工作曲线(或者建立回归方程)。

4.7.1.5.2 试样的测定:将试样导入仪器,测其吸光度,然后根据吸光度在标准曲线上查得铁的含量(或带入回归方程计算)。

4.7.1.6 结果计算

试样中铁的含量按式(17)计算。

$$X = A \times n \quad \dots\dots\dots(17)$$

式中:

X ——试样中铁的含量,单位为毫克每升(mg/L);

A ——待测试样液中铁的含量,单位为毫克每升(mg/L);

n ——试样稀释倍数。

计算结果表示到小数点后一位。

4.7.1.7 精密度

在重复性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%。

4.7.2 邻菲罗啉比色法

4.7.2.1 原理

试样经处理后,试样中的三价铁在酸性条件下被盐酸羟胺还原成二价铁,二价铁与邻菲罗啉作用生成红色螯合物,其颜色的深度与铁含量成正比,用分光光度法进行铁的测定。

4.7.2.2 试剂和溶液

4.7.2.2.1 浓硫酸。

4.7.2.2.2 过氧化氢溶液(30%,质量分数)。

4.7.2.2.3 氨水(25%~28%,质量分数)。

4.7.2.2.4 盐酸羟胺溶液(100 g/L):称取 100 g 盐酸羟胺,用水溶解并定容至 1 000 mL 混匀,于棕色瓶中低温保存。

4.7.2.2.5 盐酸溶液(1+1,体积分数)。

4.7.2.2.6 乙酸-乙酸钠溶液(pH=4.8):称取 272 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$),溶解于 500 mL 水中,加 200 mL 冰乙酸,加水稀释至 1 000 mL。

4.7.2.2.7 1,10-菲罗啉溶液(2 g/L):按 GB/T 603 配制。

4.7.2.2.8 铁标准储备液(1mL 溶液含有 0.1 mg 铁):同 4.7.1.2.2。

4.7.2.2.9 铁标准使用液(1mL 溶液含有 10 μg 铁):同 4.7.1.2.3。

4.7.2.2.10 铁标准系列工作液:吸取铁标准使用液 0.00 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.80 mL、1.00 mL、1.40 mL (含铁 0.0 μg 、2 μg 、4 μg 、8 μg 、10 μg 、14 μg)分别于 6 支 25 mL 比色管中,补加水至 10 mL,加 5 mL 乙酸-乙酸钠溶液(4.7.2.2.6)(调 pH 至 3~5)、1 mL 盐酸羟胺溶液(4.7.2.2.4),摇匀,放置 5 min 后,再加入 1 mL 1,10-菲罗啉溶液(4.7.2.2.7),然后补加水至刻度,摇匀,放置 30 min,备用,该系列用于标准工作曲线的绘制。

4.7.2.3 仪器

4.7.2.3.1 分光光度计。

4.7.2.3.2 高温电炉:(550 ± 25) $^{\circ}\text{C}$ 。

4.7.2.3.3 瓷蒸发皿:100 mL。

4.7.2.4 试样的制备

4.7.2.4.1 干法消化:准确吸取 25.00 mL 试样(V)于蒸发皿中,在水浴上蒸干,置于电炉上小心炭化,然后移入 550 ± 25 $^{\circ}\text{C}$ 高温电炉中灼烧,灰化至残渣呈白色,取出,加入 10 mL 盐酸溶液溶解,在水浴上蒸至约 2 mL,再加入 5 mL 水,加热煮沸后,移入 50 mL 容量瓶中,用水洗涤蒸发皿,洗液并入容量瓶,加水稀释至刻度(V_1),摇匀。同时做空白试验。

4.7.2.4.2 湿法消化:准确吸取 1.00 mL 试样(V)(可根据铁含量,适当增减)于 10 mL 凯氏烧瓶中,置电炉上缓缓蒸发至近干,取下稍冷后,加 1 mL 浓硫酸(根据含糖量增减)、1 mL 过氧化氢,于通风厨内加热消化。如果消化液颜色较深,继续滴加过氧化氢溶液,直至消化液无色透明。稍冷,加 10 mL 水微火煮沸 3 min~5 min,取下冷却。同时做空白试验。

4.7.2.5 分析步骤

4.7.2.5.1 标准工作曲线的绘制

在 480 nm 波长下,测定铁标准系列工作液(4.7.2.2.10)的吸光度。根据吸光度及相对应的铁浓度

绘制标准工作曲线(或建立回归方程)。

4.7.2.5.2 试样的测定

准确吸取 4.7.2.4 制备的试样 5 mL~10 mL(V_2)及试剂空白消化液分别于 25 mL 比色管中, 加水至 10 mL, 然后按标准工作曲线的绘制同样操作, 分别测其吸光度, 从标准工作曲线上查出铁的含量(或用回归方程计算)。

或将 4.7.2.4 制备的试样及空白消化液分别洗入 25 mL 比色管中, 在每支管中加入一小片刚果红试纸, 用氨水中和至试纸显蓝紫色, 然后各加 5 mL 乙酸-乙酸钠溶液(调 pH 至 3~5), 以下操作同标准工作曲线的绘制。以测出的吸光度, 从标准工作曲线上查出铁的含量(或用回归方程计算)。

4.7.2.6 结果计算

4.7.2.6.1 干法计算

试样中铁的含量按式(18)计算。

$$X = \frac{(m_1 - m_0) \times V_1 \times 1\,000}{V \times V_2 \times 1\,000} \dots\dots\dots(18)$$

式中:

X ——试样中铁的含量, 单位为毫克每升(mg/L);

m_1 ——测定用试样中铁的质量, 单位为微克(μg);

m_0 ——试剂空白液中铁的质量, 单位为微克(μg);

V ——吸取试样的体积, 单位为毫升(mL);

V_1 ——试样消化液的总体积, 单位为毫升(mL);

V_2 ——测定用试样的体积, 单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后一位。

4.7.2.6.2 湿法计算

试样中铁的含量按式(19)计算。

$$X = \frac{m - m_0}{V} \dots\dots\dots(19)$$

式中:

X ——试样中铁的含量, 单位为毫克每升(mg/L);

m ——测定用试样中铁的质量, 单位为微克(μg);

m_0 ——试剂空白液中铁的质量, 单位为微克(μg);

V ——吸取试样的体积, 单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后一位。

4.7.2.7 精密度

在重复性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%。

4.7.3 磺基水杨酸比色法

4.7.3.1 原理

试样经处理后, 样液中的三价铁离子在碱性氨溶液中(pH=8~10.5)与磺基水杨酸反应生成黄色络合物, 可根据颜色的深浅进行比色测定。

4.7.3.2 试剂和材料

4.7.3.2.1 磺基水杨酸溶液(100 g/L)。

4.7.3.2.2 氨水(1+1.5,体积比)。

4.7.3.2.3 铁标准储备液(1 mL 溶液含有 0.1 mg 铁):同 4.7.1.2.2。

4.7.3.2.4 铁标准使用液(1 mL 溶液含有 10 μg 铁):同 4.7.1.2.3。

4.7.3.2.5 铁标准系列工作液:吸取铁标准使用液 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL (含铁 0.0 μg、5 μg、10 μg、15 μg、20 μg、25 μg)分别于 6 支 25 mL 比色管中,分别加入 5 mL 磺基水杨酸溶液,用氨水中和至溶液呈黄色时,再加 0.5 mL 后,用水稀释至刻度,摇匀。

4.7.3.3 仪器

同 4.7.2.3。

4.7.3.4 试样的制备

同 4.7.2.4。

注:湿法消化时,取样量为 5 mL。

4.7.3.5 分析步骤

吸取干法试样 5.00 mL(可根据铁含量,适当增减)和同量空白消化液分别于 25 mL 比色管中,或者将湿法试样及空白消化液分别洗入 25 mL 比色管中,然后按 4.7.3.2.5 同样操作,将其与标准系列进行目视比色,记下与样液颜色深浅相同的标准管中铁的含量。

4.7.3.6 结果计算

同 4.7.2.6。

所得结果表示至整数。

4.7.3.7 精密度

在重复性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%。

4.8 铜

4.8.1 原子吸收分光光度法

4.8.1.1 原理

将处理后的试样导入原子吸收分光光度计中,在乙炔-空气火焰中试样中的铜被原子化,基态原子吸收特征波长(324.7 nm)的光,其吸收量的大小与试样中铜的含量成正比,测其吸光度,求得铜含量。

4.8.1.2 试剂和材料

4.8.1.2.1 硝酸溶液(0.8%,体积分数):同 4.7.1.2.1。

4.8.1.2.2 铜标准储备液(1 mL 溶液含有 0.1 mg 铜):按 GB/T 602 制备,或购买有证书的国家标准物质。

4.8.1.2.3 铜标准使用液(1 mL 溶液含有 10 μg 铜):吸取 10.00 mL 铜标准储备液于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.8.1.2.1)稀释至刻度,此溶液每毫升含 10 μg 铜。

4.8.1.2.4 铜标准系列工作液:吸取铜标准使用液 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、

6.00 mL (含铜 0.0 μg、5 μg、10 μg、20 μg、40 μg、60 μg) 分别置于 6 个 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.8.1.2.1) 稀释至刻度,摇匀。该系列用于标准工作曲线的绘制。

4.8.1.3 仪器

原子吸收分光光度计:备有铜空心阴极灯。

4.8.1.4 试样的制备

用硝酸溶液(4.8.1.2.1)准确将试样稀释至 5~10 倍,摇匀,备用。

4.8.1.5 分析步骤

4.8.1.5.1 标准工作曲线的绘制:置仪器于合适的工作状态下,调波长至 324.7 nm,导入标准系列溶液,以零管调零,分别测其吸光度,以铜的含量对应吸光度绘制标准工作曲线(或建立回归方程)。

4.8.1.5.2 试样的测定:将试样(4.8.1.4)导入仪器,测其吸光度,然后根据吸光度在标准工作曲线上查得铜的含量(或者用回归方程计算)。

4.8.1.6 结果计算

试样中铜的含量按式(20)计算。

$$X = A \times n \quad \dots\dots\dots (20)$$

式中:

X ——试样中铜的含量,单位为毫克每升(mg/L);

A ——待测试样液中铜的含量,单位为毫克每升(mg/L);

n ——试样稀释倍数。

计算结果表示到小数点后一位。

4.8.1.7 精密度

在重复性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%。

4.8.2 二乙基二硫代氨基甲酸钠比色法

4.8.2.1 原理

在碱性溶液中铜离子与二乙基二硫代氨基甲酸钠(DDTC)作用生成棕黄色络合物,用四氯化碳萃取后比色。

4.8.2.2 试剂和材料

4.8.2.2.1 四氯化碳。

4.8.2.2.2 硫酸溶液 $\left[c\left(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4\right) = 2 \text{ mol/L} \right]$:量取浓硫酸 60 mL,缓缓注入 1 000 mL 水中,冷却,摇匀。

4.8.2.2.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)柠檬酸铵溶液:称取 5 g 乙二胺四乙酸二钠及 20 g 柠檬酸铵,用水溶解并定容至 100 mL 混匀。

4.8.2.2.4 氨水(1+1,体积比):量取 50 mL 氨水加入到 50 mL 水中混匀。

4.8.2.2.5 氢氧化钠溶液(0.05 mol/L):按 GB/T 601 配制,并准确稀释。

4.8.2.2.6 二乙基二硫代氨基甲酸钠(铜试剂)溶液(1 g/L):按 GB/T 603 配制。保存于冰箱中。

4.8.2.2.7 麝香草酚蓝(1 g/L):称取 0.1 g 麝香草酚蓝于 4.3 mL 氢氧化钠溶液中,用水定容至 100 mL

混匀。

4.8.2.2.8 铜标准储备液(1 mL 溶液含有 0.1 mg 铜):同 4.8.1.2.2。

4.8.2.2.9 铜标准使用液(1 mL 溶液含有 10 μg 铜):同 4.8.1.2.3。

4.8.2.2.10 铜标准系列工作液:吸取铜标准使用液(4.8.2.2.9)0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL(含铜 0.0 μg、5 μg、10 μg、15 μg、20 μg、25 μg)分别于 6 支 125 mL 分液漏斗中,各补加硫酸溶液(4.8.2.2.2)至 20 mL。然后再加入 10 mL 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)柠檬酸铵溶液和 3 滴麝香草酚蓝指示液,混匀,用氨水调 pH(溶液的颜色由黄至微蓝色),补加水至总体积约 40 mL,再各加 2 mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(铜试剂)和 10.00 mL 四氯化碳,剧烈振荡萃取 2 min,待静置分层后,将四氯化碳层经无水硫酸钠或脱脂棉滤入 2 cm 比色杯中。

4.8.2.3 仪器

4.8.2.3.1 分光光度计。

4.8.2.3.2 分液漏斗:125 mL。

4.8.2.4 试样的制备

同 4.7.2.4。

注:湿法消化时,取样量为 5 mL。

4.8.2.5 分析步骤

4.8.2.5.1 标准工作曲线的绘制:置仪器于合适的工作状态下,调波长至 440 nm 处,导入标准系列溶液,分别测其吸光度,根据吸光度及相对应的铜浓度绘制标准曲线(或建立回归方程)。

4.8.2.5.2 试样的测定:吸取干法处理的试样 10.00 mL 和同量空白消化液分别置于 125 mL 分液漏斗中,或者将湿法处理的全部试样及空白消化液,分别置于 125 mL 分液漏斗中。然后按 4.8.2.2.10 和 4.8.2.5.1 的同样操作(湿法处理的试样,进行 4.8.2.2.10 步骤时,以水代替硫酸溶液,补加体积至 20 mL,以后步骤不变),分别测其吸光度,从标准工作曲线上查出铜的含量(或用回归方程计算)。

4.8.2.6 结果计算

4.8.2.6.1 干法计算

试样中铜的含量按式(21)计算。

$$X = \frac{(m_1 - m_0) \times V_1 \times 1\,000}{V \times V_2 \times 1\,000} \dots\dots\dots(21)$$

式中:

X ——试样中铜的含量,单位为毫克每升(mg/L);

m_1 ——测定用试样中铜的质量,单位为微克(μg);

m_0 ——试剂空白液中铜的质量,单位为微克(μg);

V ——吸取试样的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——试样消化液的总体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定用试样的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后一位。

4.8.2.6.2 湿法计算

试样中铜的含量按式(22)计算。

$$X = \frac{m - m_0}{V} \dots\dots\dots (22)$$

式中：

X ——试样中铜的含量，单位为毫克每升(mg/L)；

m ——测定用试样中铜的质量，单位为微克(μg)；

m_0 ——试剂空白液中铜的质量，单位为微克(μg)；

V ——吸取试样的体积，单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后一位。

4.8.2.7 精密度

在重复性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%。

4.9 总糖——酶法

测定方法参见附录 C。

4.10 酒精度——仪器法

测定方法参见附录 D。

4.11 干浸出物——仪器法

测定方法参见附录 E。

4.12 游离二氧化硫

测定方法参见附录 F。

4.13 白藜芦醇

测定方法参见附录 G。

4.14 感官评定

葡萄酒感关评定参见附录 H。

附录 A

(资料性附录)

葡萄糖、果糖、蔗糖标准品和样品的色谱图

葡萄糖、果糖、蔗糖标准品和样品的色谱图见图 A.1 和图 A.2。

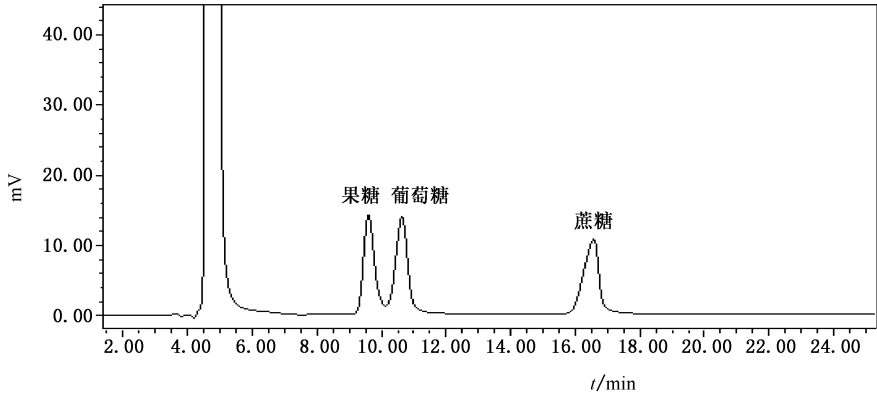


图 A.1 果糖、葡萄糖、蔗糖标准品色谱图

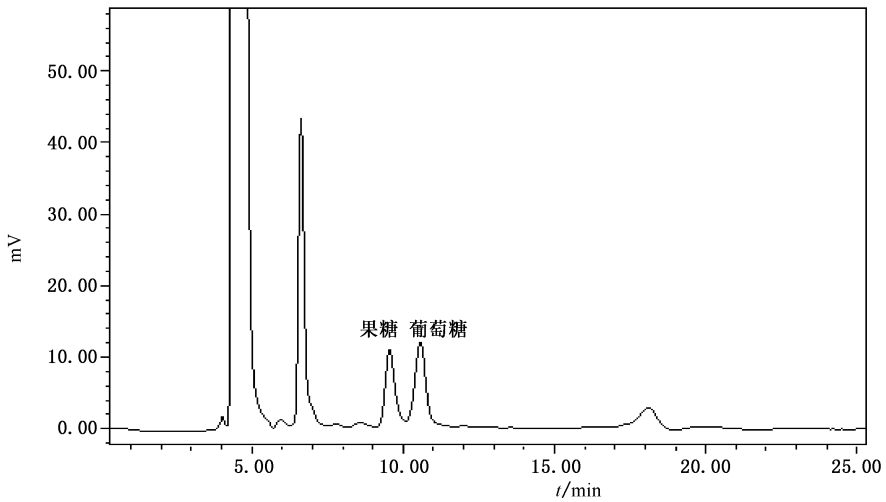


图 A.2 试样中果糖和葡萄糖的色谱图

附录 B

(规范性附录)

密度-总浸出物含量对照表

表 B.1 密度-总浸出物含量对照表(整数位)

单位为克每升

密度 (20℃)	密度的第四位整数									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
100	0	2.6	5.1	7.7	10.3	12.9	15.4	18.0	20.6	23.2
101	25.8	28.4	31.0	33.6	36.2	38.8	41.3	43.9	46.5	49.1
102	51.7	54.3	56.9	59.5	62.1	64.7	67.3	69.9	72.5	75.1
103	77.7	80.3	82.9	85.5	88.1	90.7	93.3	95.9	98.5	101.1
104	103.7	106.3	109.0	111.6	114.2	116.8	119.4	122.0	124.6	127.2
105	129.8	132.4	135.0	137.6	140.3	142.9	145.5	148.1	150.7	153.3
106	155.9	158.6	161.2	163.8	166.4	169.0	171.6	174.3	176.9	179.5
107	182.1	184.8	187.4	190.0	192.56	195.2	197.8	200.5	203.1	205.8
108	208.4	211.0	213.6	216.2	218.9	221.5	224.1	226.8	229.4	232.0
109	234.7	237.3	239.9	242.5	245.2	247.8	250.4	253.1	255.7	258.4
110	261.0	263.6	266.3	268.9	271.5	274.2	276.8	279.5	282.1	284.8
111	287.4	290.0	292.7	295.3	298.0	300.6	303.3	305.9	308.6	311.2
112	313.9	316.5	319.2	321.8	324.5	327.1	329.8	332.4	335.1	337.8
113	340.4	343.0	345.7	348.3	351.0	353.7	356.3	359.0	361.6	364.3
114	366.9	369.6	372.3	375.0	377.6	380.3	382.9	385.6	388.3	390.9
115	393.6	396.2	398.9	401.6	404.3	406.9	409.6	412.3	415.0	417.6
116	420.3	423.0	425.7	428.3	431.0	433.7	436.4	439.0	441.7	444.4
117	447.1	449.8	452.4	455.2	457.8	460.5	463.2	465.9	468.6	471.3
118	473.9	476.6	479.3	482.0	584.7	487.4	490.1	492.8	495.5	498.2
119	500.9	503.5	506.2	508.9	511.6	514.3	517.0	519.7	522.4	525.1
120	527.8	—	—	—	—	—	—	—	—	—

表 B.2 密度-总浸出物含量对照表(小数位)

密度的第一位小数	总浸出物/ (g/L)	密度的第一位小数	总浸出物/ (g/L)	密度的第一位小数	总浸出物/ (g/L)
1	0.3	4	1.0	7	1.8
2	0.5	5	1.3	8	2.1
3	0.8	6	1.6	9	2.3

附录 C

(资料性附录)

葡萄酒、果酒中总糖的测定 酶法

C.1 原理

蔗糖在 β -果糖苷酶的作用下酶解为一分子的葡萄糖和一分子果糖,葡萄糖和果糖在己糖激酶的作用下,被腺嘌呤核苷三磷酸(ATP)磷酸化,生成 6-磷酸葡萄糖,在葡萄糖-6-磷酸脱氢酶存在的情况下,6-磷酸葡萄糖被烟酰胺腺嘌呤二核苷磷酸(NADP)氧化成 6-磷酸葡萄糖酸。还原型烟酰胺腺嘌呤二核苷磷酸(NADPH)的量与 6-磷酸葡萄糖的量存在对应的关系,也与试样中葡萄糖和果糖的量存在对应关系。NADPH 的量可根据它在 340 nm 条件下的吸光度的变化而测定。

C.2 试剂和溶液

C.2.1 复合酶溶液 A₁:己糖激酶(含量>15 U/mL)、NADP(含量>1.5 mmol/L)和磷酸葡萄糖异构酶(含量>10 U/mL)溶液的混合溶液,于 4 °C 冰箱密封保存,可购买商品化的试剂盒。

C.2.2 葡萄糖-6-磷酸脱氢酶混合液 B:含有腺嘌呤核苷三磷酸(浓度> 15 mmol/L)、葡萄糖-6-磷酸脱氢酶(浓度>10 U/mL),于 4 °C 冰箱密封保存,可购买商品化的试剂盒。

C.2.3 复合酶溶液 A₂:将复合酶溶液 A₁(C.2.1)和葡萄糖-6-磷酸脱氢酶混合液 B(C.2.2)按照 4:1(体积比)混匀,现用现配。

C.2.4 葡萄糖标准溶液(4.0 g/L):称取在 105 °C~110 °C 烘箱内烘干 3 h 并在干燥器中冷却的无水葡萄糖 4 g(精确至 0.1 mg),用水溶解并定容至 1 000 mL 混匀。

C.2.5 β -果糖苷酶溶液 B: β -果糖苷酶(浓度>1 kU/L)溶液,置于 4 °C 冰箱密封,可购买商品化的试剂盒。

C.3 仪器和设备

分光光度计。

C.4 分析步骤

准确吸取一定量的试样(含二氧化碳的试样超声除气)加水稀释,使待测液中葡萄糖含量在 8.0 g/L 以内,分别取 12 μ L 糖混合标准溶液(C.2.4)、试样和水,加入到三个 1 cm 的微量比色皿中,再分别向三个比色皿中加入 1000 μ L 复合酶溶液 A₂(C.2.3),混匀后,室温或 37 °C 孵育 1 min,然后再分别吸取 β -果糖苷酶溶液 B(C.2.5)200 μ L 到上述三个比色皿中混匀。室温或 37 °C 孵育约 10 min,以蒸馏水为参比,在波长为 340 nm 下分别测定糖标准溶液、试样和试剂空白的测定吸光度(A)当采用不同大小的比色皿可以按照同等体积比调整糖标准品、试样和空白的体积。

C.5 结果计算

试样中总糖的含量按式(C.1)、式(C.2)、式(C.3)计算。

$$X = \frac{\Delta A_{\text{样品}} \times c \times n}{\Delta A_{\text{标准品}}} \dots\dots\dots (C.1)$$

$$\Delta A_{\text{样品}} = A_{\text{样品}} - A_{\text{试剂空白}} \dots\dots\dots (C.2)$$

$$\Delta A_{\text{标准品}} = A_{\text{标准品}} - A_{\text{试剂空白}} \dots\dots\dots (C.3)$$

式中：

X ——试样中总糖(以葡萄糖计)的含量,单位为克每升(g/L);

$\Delta A_{\text{样品}}$ ——试样和试剂空白的吸光度差值;

$\Delta A_{\text{标准品}}$ ——标准品和试剂空白的吸光度差值;

c ——葡萄糖标准溶液,单位为克每升(g/L);

$A_{\text{标准品}}$ ——标准品的测定吸光度;

$A_{\text{样品}}$ ——试样的测定吸光度;

$A_{\text{试剂空白}}$ ——试剂空白的测定吸光度;

n ——稀释倍数。

计算结果保留至小数点后一位。

C.6 检出限

总糖检出限为 0.1 g/L。

C.7 精密度

在重复性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 5%。

附录 D

(资料性附录)

葡萄酒、果酒中酒精度的测定 仪器法

D.1 仪器法一

D.1.1 原理

试样经快速蒸馏器蒸馏后,注入全自动天平密度仪中测定试样的酒精度。

D.1.2 试剂

D.1.2.1 消泡剂。

D.1.2.2 氢氧化钙溶液(12%,质量分数):称取 12.0 g 氢氧化钙于烧杯中,加水至 100 g,混匀呈乳浊液。

D.1.2.3 乙醇标准溶液(10 % vol):购买有证书的国家标准物质。

D.1.3 仪器和设备

D.1.3.1 快速蒸馏器。

D.1.3.2 全自动天平密度仪(或其他同等功能仪器):测量精度为 $\pm 0.05\%$ vol。

D.1.3.3 恒温水浴:温控 $\pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

D.1.4 分析步骤

C.1.4.1 仪器校正

使用前用蒸馏水或者乙醇标准溶液(D.1.2.3)按仪器说明书对全自动天平密度仪进行校正。

D.1.4.2 样品蒸馏

用 100 mL 容量瓶量取试样 100 mL(液温 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$),移入快速蒸馏器的蒸馏瓶中。用 100 mL 水分次洗涤容量瓶,洗液并入蒸馏瓶中,在蒸馏瓶中依次加入约 1 mL 氢氧化钙溶液(D.1.2.2)和 5 滴消泡剂(D.1.2.1)。将快速蒸馏器的馏出液重量设置为 85 g,开启冷却水(冷却水温度宜低于 $15\text{ }^{\circ}\text{C}$),启动快速蒸馏器,用原 100 mL 容量瓶接收馏出液。蒸馏结束后,待馏出液恢复至 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$,用水定容,摇匀。

D.1.4.3 样品测定

将定容后的馏出液注入全自动天平密度仪中,仪器测定该溶液的温度和密度,自动换算出 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时样品的酒精度,记录测定值。

D.1.5 结果计算

$20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时样品的酒精度,以体积分数“% vol”表示,结果保留至小数点后一位。

D.1.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过 0.5% vol。

D.2 仪器法二

D.2.1 原理

试样除气后(或过压进样确保二氧化碳不损失)导入数字密度计(配近红外葡萄酒分析模块),进入内部组装的 U-型振荡管密度计中,测定其密度;进入近红外酒精传感器,测定试样的酒精度。

D.2.2 试剂

乙醇标准溶液(10 % vol):购买有证书的国家标准物质。

D.2.3 仪器

D.2.3.1 数字密度计(配近红外葡萄酒分析模块)。

D.2.3.2 过压或常压进样装置。

D.2.4 分析步骤

D.2.4.1 试样制备

除含气产品需除气使用或使用过压进样装置外,其他产品直接使用。

D.2.4.2 样品测定

按仪器的使用说明,依次用空气和水对密度计进行校正然后再依次使用水(零点)和乙醇标准溶液(D.1.2.1)对酒精分析模块进行校正。将试样导入校正后的数字密度计(配近红外葡萄酒分析模块),进行测定,系统会自动显示并保存酒精度。

D.2.5 结果计算

样品的酒精度,以体积分数“% vol”表示,结果保留至小数点后一位。

D.2.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过 0.5% vol。

附录 E

(资料性附录)

葡萄酒、果酒中干浸出物的测定 仪器法

E.1 仪器法一

E.1.1 原理

通过仪器测定试样脱醇馏出液密度和试样的原始密度,仪器自动换算总浸出物的含量,再从中减去总糖的含量,即得干浸出物的含量。

E.1.2 试剂

同 D.1.2。

E.1.3 仪器和设备

E.1.3.1 快速蒸馏器。

E.1.3.2 全自动天平密度仪(或其他同等功能仪器):精度 0.000 05 kg/L,测量范围 0.5 kg/L~2.25 kg/L。

E.1.3.3 恒温水浴:温控 ± 0.2 °C。

E.1.3.4 容量瓶:100 mL。

E.1.4 分析步骤

E.1.4.1 仪器校正

同 D.1.4.1。

E.1.4.2 样品蒸馏

同 D.1.4.2。

E.1.4.3 样品测定

将校正后的全自动天平密度仪调至干浸出物测定模式,将未经脱醇处理的试样(液温 20 °C)注入全自动天平密度仪测定其密度值 ρ_s ;用蒸馏水冲洗后将 E.1.4.2 制备的脱醇试样注入全自动天平密度仪测定试样的密度值 ρ_e 。

E.1.5 结果计算

E.1.5.1 总浸出物含量的计算

仪器根据脱醇馏出液密度和试样的原始密度,自动换算并显示试样中总浸出物的含量值,待读数稳定,记录测定值。

E.1.5.2 干浸出物含量的计算

同 4.2.5。

E.1.6 精密度

在重复性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 2%。

E.2 仪器法二

E.2.1 原理

除气后(或过压进样确保二氧化碳不损失)的试样导入数字密度计(配近红外葡萄酒分析模块),进入内部组装的 U 型振荡管密度计中,测定其密度;进入近红外酒精传感器,测定试样的酒精度。结合密度和酒精度的结果,仪器自动换算总浸出物的含量,再从中减去总糖的含量,即得干浸出物的含量。

E.2.2 仪器和设备

E.2.2.1 数字密度计(配近红外葡萄酒分析模块)。

E.2.2.2 过压或常压进样装置。

E.2.3 分析步骤

E.2.3.1 试样制备

同 D.2.3.1。

E.2.3.2 样品测定

按仪器的使用说明,依次用空气和水对密度计进行校正,依次使用水(零点)和酒精/水溶液对酒精分析模块进行校正。将试样导入数字密度计(配近红外葡萄酒分析模块)进行测定,仪器自动计算并显示试样的酒精度与总浸出物含量。

E.2.4 结果计算

E.2.4.1 总浸出物含量的计算

根据仪器系统自动测定出样品中总浸出物。

E.2.4.2 干浸出物含量的计算

同 4.2.5。

E.2.5 精密度

在重复性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 2%。

附录 F

(资料性附录)

葡萄酒、果酒中游离二氧化硫的测定

F.1 氧化法

F.1.1 原理

在低温条件下,试样中的游离二氧化硫与过氧化氢过量反应生成硫酸,再用碱标准溶液滴定生成的硫酸。由此可得到试样中游离二氧化硫的含量。

F.1.2 试剂和材料

F.1.2.1 过氧化氢溶液(1%,体积分数):吸取 1 mL 过氧化氢(30%,质量分数),用水稀释至 100 mL,现用现配。

F.1.2.2 磷酸溶液(25%,质量分数):量取 295 mL 85%磷酸,用水稀释至 1 000 mL。

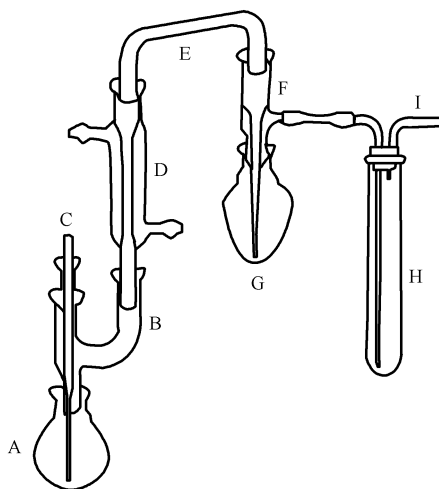
F.1.2.3 氢氧化钠标准溶液[$c(\text{NaOH})=0.05 \text{ mol/L}$]:按 GB/T 601 配制与标定,并准确稀释。

F.1.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$]:准确吸取 100 mL 氢氧化钠标准溶液(F.1.2.3),以无二氧化碳水定容至 500 mL 混匀。存放在橡胶塞上装有钠石灰管的瓶中,每周重配。

F.1.2.5 甲基红-次甲基蓝混合指示液:按 GB/T 603 配制。

F.1.3 仪器和设备

F.1.3.1 二氧化硫测定装置:见图 F.1。



说明:

- A——短颈球瓶;
- B——三通连接管;
- C——通气管;
- D——直管冷凝管;
- E——弯管;
- F——真空蒸馏接受管;
- G——梨形瓶;
- H——气体洗涤器;
- I——直角弯管(接真空泵或抽气管)。

图 F.1 二氧化硫测定装置

F.1.3.2 真空泵或抽气管(玻璃射水泵)。

F.1.4 分析步骤

F.1.4.1 按图 F.1 所示,将二氧化硫测定装置连接妥当,I 管与真空泵(或抽气管)相接,D 管通入冷却水。取下梨形瓶(G)和气体洗涤器(H),在 G 瓶中加入 20 mL 过氧化氢溶液、H 管中加入 5 mL 过氧化氢溶液,各加 3 滴混合指示液后,溶液立即变为紫色,滴入氢氧化钠标准溶液,使其颜色恰好变为橄榄绿色,然后重新安装妥当,将 A 瓶浸入冰浴中。

F.1.4.2 吸取 20.00 mL 试样,从 C 管上口加入 A 瓶中,随后吸取 10 mL 磷酸溶液(F.1.2.2),亦从 C 管上口加入 A 瓶中。

F.1.4.3 开启真空泵(或抽气管),使抽入空气流量 1 000 mL/min~1 500 mL/min,抽气 10 min。取下 G 瓶,用氢氧化钠标准滴定溶液(F.1.2.4)滴定至重现橄榄绿色即为终点,记下消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的毫升数。以水代替试样做空白试验,操作同上。一般情况下,H 管中溶液不应变色,如果溶液变为紫色,也需用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至橄榄绿色,并将所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积与 G 瓶消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积相加。

F.1.5 结果计算

试样中游离二氧化硫的含量按式(F.1)计算。

$$X = \frac{c \times (V - V_0) \times 32}{20} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (F.1)$$

式中:

X ——试样中游离二氧化硫的含量,单位为毫克每升(mg/L);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——测定试样时消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V₀ ——空白试验消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

32 ——二氧化硫的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

20 ——吸取试样的体积,单位为毫升(mL)。

所得结果表示至整数。

F.1.6 精密度

在重复性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%。

F.2 直接碘量法

F.2.1 原理

利用碘可以与二氧化硫发生氧化还原反应的性质,测定试样中二氧化硫的含量。

F.2.2 试剂和材料

F.2.2.1 硫酸溶液(1+3,体积分数):取 1 体积浓硫酸缓慢注入 3 体积水中,混匀。

F.2.2.2 碘标准滴定溶液 $\left[c \left(\frac{1}{2} I_2 \right) = 0.02 \text{ mol/L} \right]$:按 GB/T 601 配制与标定,准确稀释 5 倍。

F.2.2.3 淀粉指示液(10 g/L):按 GB/T 603 配制后,再加入 40 g 氯化钠。

F.2.3 分析步骤

吸取 50.00 mL 试样于 250 mL 碘量瓶中,加入少量碎冰块,再加入 1 mL 淀粉指示液(F.2.2.3)、

10 mL 硫酸溶液(F.2.2.1),用碘标准滴定溶液(F.2.2.2)迅速滴定至淡蓝色,保持 30 s 不变即为终点,记下消耗碘标准滴定溶液的体积(V)。以水代替试样,做空白试验,操作同上。

F.2.4 结果计算

试样中游离二氧化硫的含量按式(F.2)计算。

$$X = \frac{c \times (V - V_0) \times 32}{50} \times 1\,000 \dots\dots\dots (F.2)$$

式中:

- X ——试样中游离二氧化硫的含量,单位为毫克每升(mg/L);
- c ——碘标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V ——消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——空白试验消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 32 ——二氧化硫的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);
- 50 ——吸取试样的体积,单位为毫升(mL)。

所得结果表示至整数。

F.2.5 精密度

在重复性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%。

附录 G

(资料性附录)

葡萄酒中白藜芦醇和白藜芦醇苷的测定 高效液相色谱法

G.1 原理

试样中反式白藜芦醇苷、顺式白藜芦醇苷、反式白藜芦醇、顺式白藜芦醇经固相萃取柱净化后,用 HPLC 法测定。

G.2 材料和试剂

本方法所用的水应符合 GB/T 6682—2008 规定的一级水的规定。

G.2.1 氨水。

G.2.2 甲醇:色谱纯。

G.2.3 乙腈:色谱纯。

G.2.4 乙腈溶液(30%,体积比):移取 30 mL 乙腈,用水定容至 100 mL 混匀。

G.2.5 反式白藜芦醇:纯度 $\geq 99\%$ 。

G.2.6 反式白藜芦醇苷:纯度 $\geq 99\%$ 。

G.2.7 反式白藜芦醇标准溶液(1 000 mg/L):称取 10.0 mg 反式白藜芦醇(G.2.5)于 10 mL 棕色容量瓶中,用甲醇溶解并定容混匀,现配现用。

G.2.8 反式白藜芦醇苷标准溶液(1 000 mg/L):称取 10.0 mg 反式白藜芦醇苷(G.2.6)于 10 mL 棕色容量瓶中,用甲醇溶解并定容混匀,现配现用。

G.2.9 顺式白藜芦醇标准溶液:取适量反式白藜芦醇标准溶液(G.2.7),用乙腈水溶液(G.2.4)稀释至 200 mg/L(C_2)。取出 10 mL 置于 15 mL 透明塑料离心管,在紫外灯 365 nm 波长下照射 30 min(具体时间可以参照实际情况调整),用乙腈水溶液(G.2.4)稀释 10 倍,进液相色谱测定反式白藜芦醇的峰面积(A_1),同时将 200 mg/L 未转化的反式白藜芦醇溶液,同样用乙腈溶液(G.2.4)稀释 10 倍,进液相色谱测定反式白藜芦醇的峰面积响应(A_2),则可按式(G.1)计算得到顺式白藜芦醇的含量 C_1 。

$$C_1 = C_2 - C_2 \times \frac{A_1}{A_2} \quad \dots\dots\dots (G.1)$$

式中:

C_1 ——顺式白藜芦醇标准溶液的含量,单位为毫克每升(mg/L);

C_2 ——转化用反式白藜芦醇标准溶液的含量,单位为毫克每升(mg/L);

A_1 ——转化后溶液中反式白藜芦醇标准溶液色谱峰面积;

A_2 ——转化用反式白藜芦醇标准溶液色谱峰面积。

G.2.10 顺式白藜芦醇苷标准溶液:取适量反式白藜芦醇苷标准溶液(G.2.8),用乙腈溶液(G.2.4)稀释至 200 mg/L。取出 10 mL 置于 15 mL 透明塑料离心管,在 365 nm 波长下照射 30 min(具体时间可以参照实际情况调整),用乙腈溶液(G.2.4)稀释 10 倍,进液相色谱测定反式白藜芦醇苷的峰面积响应 A_1 ,同时将 200 mg/L 未转化的反式白藜芦醇苷溶液,同样用乙腈溶液(G.2.4)稀释 10 倍,进液相色谱测定反式白藜芦醇苷的峰面积响应 A_2 ,则可按式(G.1)计算得到顺式白藜芦醇苷的含量 C_1 。

G.2.11 白藜芦醇及其糖苷混合系列标准工作溶液:取适量的反式白藜芦醇标准溶液(G.2.7)、反式白

藜芦醇苷标准溶液(G.2.8)、顺式白藜芦醇标准溶液(G.2.9)和顺式白藜芦苷标准溶液(G.2.10),用乙腈溶液(G.2.4)配制成 0 mg/L、1.0mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、30.0 mg/L、40.0 mg/L 系列浓度。

G.3 仪器和设备

- G.3.1 高效液相色谱仪,配二极管阵列检测器。
 G.3.2 紫外灯,具备 365 nm 单波长。
 G.3.3 固相萃取装置。
 G.3.4 氮吹仪。
 G.3.6 混合填料固相萃取柱(6 mL),或其他具有同等分析效果的净化柱。

G.4 试样的制备

移取 5 mL 试样,加适量氨水调至 pH 6.0,分别用 5 mL 甲醇和 5 mL 水活化混合填料固相萃取柱,加入上述调好 pH 的试样,然后用乙腈溶液(G.2.4)淋洗,抽干小柱。然后用 5 mL 甲醇洗脱收集,氮气吹至 1 mL,加用乙腈溶液(G.2.4)定容至 5 mL。过 0.22 μm 滤膜备用。

G.5 分析步骤

G.5.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下:

- 色谱柱: C₁₈(4.6 mm×250 mm, 5 μm)或者其他具有同等分析效果的色谱柱;
- 流动相: 乙腈+水=30+70;
- 流速: 1.0 mL/min;
- 柱温: 30 ℃;
- 检测波长: 306 nm(反式), 288 nm(顺式);
- 进样量: 20 μL。

G.5.2 标准曲线的绘制

将白藜芦醇及其糖苷混合系列标准工作溶液(G.2.11)按上述液相色谱参考条件测定,以各组分标准工作液的浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标绘制标准工作曲线。

G.5.3 试样测定

将 G.4 制备的试样注入高效液相色谱仪中,根据各白藜芦醇及其糖苷标准品的保留时间,与待测试样中组分的保留时间进行定性,记录试样中各白藜芦醇及其糖苷的峰面积,由标准工作曲线计算样品中的各糖的含量。

G.6 结果计算

试样中反式白藜芦醇苷、反式白藜芦醇、顺式白藜芦醇苷、顺式白藜芦醇的含量按式(G.2)计算。

$$X_i = \frac{c_i \times V_i}{V_0} \dots\dots\dots (G.2)$$

式中：

X_i ——试样中白藜芦醇及其糖苷的含量,单位为毫克每升(mg/L)；

c_i ——从标准曲线中求得试样中白藜芦醇的含量,单位为毫克每升(mg/L)；

V_0 ——试样取样体积(mL)；

V_i ——试样处理后定容体积(mL)；

所得结果表示至一位小数。

G.7 精密度

在重复性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%。

G.8 定量限

反式白藜芦醇苷、顺式白藜芦醇苷、反式白藜芦醇、顺式白藜芦醇的定量限为1.0 g/L。

附录 H

(资料性附录)

葡萄酒感官评定要求

H.1 基本要求

H.1.1 环境的要求

H.1.1.1 品尝室

品尝室应具备以下条件：

- 应有适宜的光线,使人感觉舒适；
- 应便于清扫,且离噪声源较远,最好是隔音的；
- 无任何气味,并便于通风与排气。

H.1.1.2 光源

品尝室的光源可用自然日光或日光灯,但光线应为均匀的散射光。

H.1.1.3 温度与湿度

品尝室内,应保持使人舒适的、稳定的温度和湿度,温度和湿度应分别保持在 20℃~22℃和 60%~70%之间。

H.1.1.4 品尝间

品尝间应相互隔离,内部设施应便于清洗,便于比较葡萄酒的颜色;应有可饮用的自来水龙头,自来水的龙头最好是脚踏式的,以便于品尝员的双手工作。

H.1.2 品尝杯的要求

应采用葡萄酒标准品尝杯。标准杯由无色透明的含铅量为 9%左右的结晶玻璃制成,不应有任何印痕和气泡;杯口应平滑、一致,且为圆边;品尝杯应能承受 0℃~100℃的温度变化,其容量为 210 mL~225 mL。

H.1.3 人员要求

应由取得相应资质(取得国家相应品酒职业资格)的人员进行品评,一般掌握单数,人员尽可能多,最少不得低于 7 人。

H.1.4 试样的处理

将试样根据不同类型放置于规定的环境温度下平衡 24 h(或相应温度的水浴中保温 1 h),采取密码标记后进行感官品评。

注:被评试样的相关信息应对评酒员严格保密。

H.1.5 计分方法

每个评酒员按细则要求在给定分数内逐项打分后,累计出总分,再把所有参加打分的评酒员分数累加,取其平均值,即为该酒的感官分数。

H.2 葡萄酒评分参考用语

见表 H.1。

H.3 葡萄酒评分细则

见表 H.2。

表 H.1 葡萄酒评分参考用语

分数段	特 点
90 分以上	具有该产品应有的色泽,悦目协调、澄清(透明)、有光泽;果香、酒香浓馥幽雅,协调悦人;酒体丰满,有新鲜感,醇厚协调,舒服,爽口,回味绵延;风格独特,优雅无缺。
89~80 分	具有该产品的色泽;澄清透明,果香、酒香良好,尚悦怡;酒质柔顺,柔和爽口,甜酸适当;典型明确,风格良好。
79~70 分	与该产品应有的色泽略有不同,允许有少量沉淀;果香、酒香较弱,但无异香;欠协调、完整;有典型性,不够怡雅。
69~60 分	与该产品应有的色泽明显不符,微浑,失光或人工着色;果香不足,或不悦人,或有异香;酒体寡淡、不协调,或有其他明显的缺陷。 (除色泽外,只要有其中一条,则判为不合格品。)
注:上述分数段分别对应优级品、优良品、合格品和不合格品。	

表 H.2 葡萄酒评分细则

项 目		要 求	
外观 10分	色泽 5分	白葡萄酒	近似无色,浅黄色,禾秆黄,绿禾秆黄色,金黄色
		红葡萄酒	紫红,深红,宝石红,瓦红,砖红,黄红,棕红,黑红色
		桃红葡萄酒	黄玫瑰红,橙玫瑰红,玫瑰红,橙红,浅红,紫玫瑰红色
	5分	澄清程度	澄清透明、有光泽、无明显悬浮物(使用软木塞封的酒允许有3个以下不大于1mm的木渣)
起泡程度		起泡葡萄酒注入杯中时,应有细微的串珠状气泡升起,并有一定的持续性,泡沫细腻、洁白	
香气 30分	非加香葡萄酒	具有纯正、优雅、愉悦和谐的果香与酒香	
	加香葡萄酒	具有优美纯正的葡萄酒香与和谐的芳香植物香	
滋味 40分	干、半干葡萄酒 (含加香葡萄酒)	酒体丰满,醇厚协调,舒服,爽口	
	甜、半甜葡萄酒 (含加香葡萄酒)	酒体丰满,酸甜适口,柔细轻快	
	起泡葡萄酒	口味优美、醇正、和谐悦人,有杀口力	
	加气起泡葡萄酒	口味清新、愉快、纯正,有杀口力	
典型性 20分		典型完美、风格独特,优雅无缺	