

ICS 67.180
分类号: X30
备案号: 55585-2016

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 5010—2016

冰糖试验方法

Testing method for rock sugar

2016-07-11 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国制糖标准化技术委员会（SAC/TC 373）归口。

本标准起草单位：广东省生物工程研究所（广州甘蔗糖业研究所）（国家糖业质量监督检验中心）、广西柳州柳冰食品厂、广州市华侨糖厂、东莞市东糖集团有限公司、营口北方糖业有限公司糖业有限公司、南京甘汁园糖业有限公司、华南理工大学、太古糖业（中国）有限公司、广东恒福糖业集团有限公司、广西洋浦南华糖业集团股份有限公司、南宁糖业股份有限公司、广西凤糖生化股份有限公司、广西农垦糖业集团股份有限公司、广西永鑫华糖集团有限公司、广西贵糖（集团）股份有限公司、云南英茂糖业（集团）有限公司、广东农垦糖业集团有限公司、广东金岭糖业集团有限公司、广西湘桂糖业集团有限公司、广西大学、东莞理工学院、广西博庆食品有限公司、广西贵港市甘化集团有限公司、云南力量生物制品（集团）有限公司、云南省永德糖业集团有限责任公司、新疆绿翔糖业有限责任公司、中粮屯河崇左糖业有限公司、日照市凌云海糖业集团有限公司、博天糖业有限公司、全国甘蔗糖业标准化中心。

本标准主要起草人：王桂华、万卫光、肖锋、李琳、李锦生、李凯、翁卓、李家威、陈红香、陈嘉敏、赵壁秋、邓倩南、刘学文、钟宏星、甄振鹏、陈捷、曾史俊、陆剑华、陈建津、李海乔、余构彬、肖凌、王达洲、马步、谢志、蔡铁华、蒙军、刘锋、于淑娟、刁晓、邓毅、陈卫民、凌以恕、吴遂、梁争柱、马银昌、蔡纯、林水栖、凌宗仁、农光、秦春城、李世平、邹恩龄、周锡文、温凯、杨新强、李政、周玉生、王亚彪、郑权、李国有、罗新伟、欧阳铸、李俊贵、李志平、平亚军、邓广华、张爱民、王勇、孙克非、郭剑雄。

本标准为首次发布。

冰糖试验方法

1 范围

本标准规定了冰糖的感官、蔗糖分、还原糖分、电导灰分、干燥失重、色值、不溶于水杂质的测定方法。

本标准适用于制糖工业中利用白砂糖或原糖为原料生产的冰糖。

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水所用规格和试验方法

3 感官的评定

称取 50 g 样品放入洁净的白瓷盘中,于明亮自然光下肉眼观察其色泽和外观,然后嗅其气味并用口尝试 10 °Bx 糖溶液。

4 样品的制备

将 1.0 kg 试样用瓷研钵粉碎成 12 目以下的小颗粒,混合均匀,贮于磨口的广口瓶或复合食品塑料袋中。制备过程应快速完成,备好供分析用。

5 蔗糖分的测定

5.1 术语

国际糖度标尺 international sugar scale

规定量纯蔗糖溶液[在标准大气压状态下,在空气中用黄铜砝码称取 26.000 0 g 纯蔗糖(在真空中为 26.016 0 g),在 20.00 °C 时溶成体积为 100.000 mL],用 $\lambda=546.2271$ nm 波长的光(汞光 ^{198}Hg 的绿色偏振光),在温度为 20.00 °C 时,用 200.00 mm 旋光观测管,所测得的光学旋光度,规定为糖度标尺的 100 度点。

100 度点被指定为 100°Z (国际糖度),并且标尺在 0 °Z 和 100 °Z 之间进行线性分度。与 100 °Z 相当的旋光值为:

$$\alpha_{546.2271\text{nm}}^{20.00^\circ\text{C}} = 40.777^\circ \pm 0.001^\circ \dots\dots\dots(1)$$

实际旋光测定,也可在波长 540 nm~633 nm 的范围内,以固定 100 度点。在黄色钠光波长下,100 °Z 相当的旋光值为:

$$\alpha_{589.4400\text{nm}}^{20.00^\circ\text{C}} = 34.626^\circ \pm 0.001^\circ \dots\dots\dots(2)$$

在氦/氖(He/Ne)激光波长下,100°Z 相当的旋光值为:

$$\alpha_{632.9914\text{nm}}^{20.00^\circ\text{C}} = 29.751^\circ \pm 0.001^\circ \dots\dots\dots(2)$$

5.2 方法提要

在规定条件下采用以国际糖度标尺刻制读数为 100°Z 的检糖计,测定规定量糖样品水溶液的旋光度。

5.3 仪器、设备

5.3.1 检糖计:应根据国际糖度标尺,按糖度(°Z)刻度的,测量范围能从-30°Z~+120°Z并用标准石英管加以校准,可选3种形式:

- a) 装有可调整分析器即检偏器的检糖计(圆盘式旋光计),采用单色光源(波长在 540 nm~590 nm 之间),通常采用绿色的汞光或黄色的钠光。
- b) 石英楔检糖计:
 - 1) 配有单色光源的(波长在 540 nm~590 nm 之间);
 - 2) 配有白炽灯作为光源的,而用适当的滤色器分离出有效波长为 587 nm 的光。
- c) 装有法拉第线圈作为补偿器的检糖计,采用单色光源(波长在 540 nm~590 nm 之间)。

旧糖度°S刻度的检糖计仍可使用,但读数°S应乘上一个系数 0.99971 转换为°Z。

5.3.2 容量瓶:(100.00±0.02) mL,用(20.0±0.1)°C的水称量加以校正;容量在(100.00±0.01) mL 范围内,不必更正便可使用;超出此范围应采用与 100.00 mL 相应的校正数加以更正,方可使用。

5.3.3 旋光观测管:(200.00±0.02) mm。

5.3.4 天平:感量 0.1 mg。

5.3.5 试剂:蒸馏水,不含旋光物质。

5.3.6 检糖计的校准:检糖计应用经法定计量机构检定合格的标准石英管校准。

- a) 石英管旋光度的温度校正:使用检糖计(没有石英楔补偿器的)读取石英管读数时的温度应测定,并记录到 0.2 °C,测定旋光度时环境及糖液的温度尽可能接近 20 °C,应在 15 °C~25 °C 的范围内。如果这个温度与 20 °C 相差大于±0.2 °C,则采用公式(4)进行标准石英管旋光度的温度校正:

$$\alpha_t = \alpha_{20^\circ\text{C}} [1 + 1.44 \times 10^{-4} (t - 20)] \dots\dots\dots (3)$$

式中:

α_t —— t 时,标准石英管的旋光值,单位为国际糖度(°Z);

$\alpha_{20^\circ\text{C}}$ —— 20 °C 时,标准石英管的旋光值,单位为国际糖度(°Z);

t —— 读数时石英管的温度,单位为摄氏度(°C)。

- b) 不同波长下石英管读数°Z的换算系数:石英管的糖度读数在不同波长下以绿色汞光(波长 546 nm)为基准,除以表 1 相应系数进行换算。

表 1 不同波长下石英管读数°Z 的换算系数

光源	波长/nm	换算系数
白炽光经滤光	587	1.001 809
黄色钠光	589	1.001 898
氩/氖激光	633	1.003 172

5.4 溶液的配制

称取样品(26.000±0.002) g(精确到 1 mg)于干洁的小烧杯中,加蒸馏水 40 mL~50 mL,使其完全溶解,移至 100 mL 容量瓶中,加蒸馏水至容量瓶刻度附近,放置 10 min 以上使达到室温,然后加蒸馏水至容量瓶刻度下约 1 mm 处。有气泡时,可用乙醚或乙醇消除。加蒸馏水至刻度,充分摇匀。

若发现溶液混浊,用滤纸过滤,漏斗上应加盖表面玻璃,将最初 10 mL 滤液弃去,收集滤液 50 mL~60 mL。

5.5 旋光度的测定

用待测的溶液将旋光观测管至少冲洗 2 次，装满旋光观测管，注意旋光观测管内不应夹带空气泡。将旋光观测管置于检糖计中，目测的检糖计测定 5 次，读数至 0.05 °Z；若用自动检糖计，在测定前，应有足够的时间使仪器达到稳定。

测定旋光读数后，立即测定旋光观测管内溶液的温度，并记录至 0.1 °C。

5.6 计算及结果表示

测定旋光度时环境及糖液的温度尽可能接近 20 °C，应在 15 °C~25 °C 的范围内。若旋光度不是在 (20.0±0.2) °C 时测定的，则应校正到 20.0 °C。

样品的蔗糖分按公式 (5)、(6) 计算。

采用石英楔补偿器的检糖计：

$$P = P_t [1 + 0.00032 \times (t - 20)] \quad \dots\dots\dots(4)$$

没有石英楔补偿器的检糖计：

$$P = P_t [1 + 0.00019 \times (t - 20)] \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中：

P ——蔗糖分，单位为克每一百克 (g/100g)；

P_t ——观测旋光度读数，单位为国际糖度 (°Z)；

t ——观测 P_t 时糖液温度，单位为摄氏度 (°C)。

计算结果保留 1 位小数。

5.7 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应超过算术平均值的 0.1%。

6 还原糖分的测定

6.1 方法提要

本法是基于碱性铜盐溶液中金属盐类的还原作用，用碘量法测定奥氏试剂与糖液作用生成的氧化亚铜，从而确定样品中的还原糖分。本法各项试验条件（包括试液量、奥氏试剂量、煮沸时间、碘液耗用量及碘的反应时间等）都应严格按标准规定执行。

6.2 仪器、设备

6.2.1 天平：感量 0.1 mg、0.01 g。

6.2.2 滴定管：50 mL，最小刻度 0.1 mL。

6.2.3 锥形烧瓶：300 mL。

6.3 试剂

6.3.1 奥氏试剂：分别称取 5.0 g 硫酸铜 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)，300 g 酒石酸钾钠 ($\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{KNa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)，10.0 g 无水碳酸钠 (Na_2CO_3)，50.0 g 磷酸氢二钠 ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)（或 19.8 g 无水磷酸氢二钠），溶于 900 mL 蒸馏水中，如有必要可将其微微加热。待完全溶解后，放入沸水浴中，加热杀菌 2 h，然后冷却至室温，用蒸馏水稀释至 1 000 mL，用细孔砂芯玻璃漏斗或硅藻土或活性炭过滤，贮于棕色试剂瓶中。

6.3.2 硫代硫酸钠贮备溶液：称取 20 g 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 及 0.1 g 无水碳酸钠 (Na_2CO_3)（或 1 mol/L 氢氧化钠溶液 1 mL），溶于 500 mL 水中，缓缓煮沸 10 min，冷却。保存于棕色试剂瓶中，放置两周后过滤备用。

6.3.3 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.0323 \text{ mol/L}$ 硫代硫酸钠溶液：吸取 100 mL 硫代硫酸钠贮备溶液，移入容量瓶中并用经煮沸灭菌的蒸馏水稀释至 500 mL，该试剂用基准重铬酸钾 ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 标定，并校正其浓度。

标定：称取 1.58 g (精确到 0.2 mg) 于 $(120 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的工作基准试剂重铬酸钾，约 100 mL 水溶解，移至 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。移取 25 mL 重铬酸钾溶液至 250 mL 碘量瓶中，加 2 g 碘化钾、20% 硫酸溶液 15 mL，盖上瓶塞，摇匀，于暗处放置 10 min。加 150 mL 水 ($15^\circ\text{C} \sim 20^\circ\text{C}$)，用待标定的硫代硫酸钠溶液滴定，近终点时，加 2 mL 10 g/L 淀粉指示液，继续滴至溶液由蓝色变为亮绿色为终点。同时做空白试验。

硫代硫酸钠标准溶液的浓度按公式 (7) 计算：

$$c = \frac{m \times 25}{49.03 \times (V - V_1)} \quad (6)$$

式中：

- c —— $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；
 m —— $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 的质量，单位为克 (g)；
 25 —— 换算系数；
 49.03 —— $1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 的摩尔质量，单位为克每摩尔 (g/mol)；
 V —— $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的体积，单位为毫升 (mL)；
 V_1 —— 空白实验时 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的体积，单位为毫升 (mL)。

6.3.4 $c(1/2\text{I}_2) = 0.0323 \text{ mol/L}$ 碘液：称取 10 g 左右的碘化钾 (无碘)，先溶解于数毫升的水中，另称取纯碘 2.050 g，溶于碘化钾溶液，将溶液全部移入 500 mL 容量瓶中并加水至标线，用已标定好的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (6.3.3) 标定，贮存于具有玻璃塞密封的棕色瓶内。

6.3.5 淀粉指示剂：称取 1.0 g 可溶性淀粉，加 10 mL 水，搅拌下注入 90 mL 沸水中，再煮沸 2 min，冷却，使用前配制。

6.3.6 冰乙酸。

6.3.7 盐酸溶液： $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

6.4 测定步骤

根据样品还原糖分的量，称取整数克 1 g~10 g (精确到 0.01 g) 样品于 300 mL 锥形瓶中，糖液含转化糖不超过 20 mg，用 50 mL 水溶解，然后加入 50 mL 奥氏试剂，混匀，用小烧杯盖上，在电炉上加热，使在 4 min~5 min 内沸腾，并继续准确地煮沸 5 min (煮沸时间从液面上冒出大量的气泡时算起)。取出，置于冷水中冷却至室温 (不应摇动)。取出，加入 1 mL 冰乙酸，在不断摇动下，加入准确计量的碘溶液，视还原的铜量而加入 5 mL~30 mL，其数量以确保过量为准，加入 1 mol/L 盐酸溶液 15 mL，立即盖上小烧杯，放置约 2 min，不时地摇动溶液，然后用硫代硫酸钠溶液滴定过量的碘，滴定至溶液呈黄绿色时，加入 2 mL~3 mL 淀粉指示剂，继续滴定至蓝色褪尽为止。

6.5 计算及结果表示

样品的还原糖分按公式 (8) 计算：

$$R = \frac{(A - B - I) \times 0.001 \times 100}{m} \quad (7)$$

式中：

- R —— 还原糖分，单位为克每一百克 (g/100g)；
 A —— 加入碘液体积，单位为毫升 (mL)；
 B —— 滴定耗用硫代硫酸钠溶液体积，单位为毫升 (mL)；
 I —— 1 g~10 g 样品还原作用的校正值 (见表 2)；

m ——样品质量，单位为克（g）。

计算结果保留两位小数。

表2 还原糖分校正值

碘液实际耗用量（即A-B） /mL	样品质量/g									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	0.11	0.22	0.34	0.45	0.55	0.66	0.77	0.89	1.00	1.11
2	0.17	0.28	0.40	0.51	0.61	0.72	0.84	0.95	1.06	1.16
3	0.22	0.34	0.45	0.57	0.67	0.78	0.90	1.01	1.12	1.22
4	0.28	0.39	0.51	0.62	0.73	0.84	0.95	1.07	1.18	1.28
5	0.33	0.45	0.56	0.68	0.78	0.90	1.01	1.12	1.24	1.33
6	0.39	0.50	0.61	0.73	0.83	0.95	1.06	1.18	1.29	1.39
7	0.44	0.55	0.67	0.78	0.88	1.00	1.11	1.23	1.34	1.44
8	0.49	0.60	0.72	0.83	0.94	1.05	1.16	1.28	1.39	1.50
9	0.54	0.65	0.76	0.88	0.99	1.10	1.21	1.33	1.44	1.55
10	0.59	0.70	0.82	0.93	1.03	1.15	1.26	1.37	1.49	1.60
11	0.63	0.75	0.86	0.98	1.08	1.20	1.31	1.42	1.54	1.65
12	0.67	0.78	0.90	1.02	1.12	1.24	1.35	1.47	1.58	1.69
13	0.70	0.82	0.93	1.05	1.16	1.27	1.39	1.51	1.62	1.72
14	0.74	0.85	0.97	1.09	1.19	1.31	1.42	1.54	1.65	1.76
15	0.77	0.88	1.00	1.12	1.22	1.34	1.45	1.57	1.69	1.79
16	0.80	0.91	1.03	1.15	1.25	1.37	1.48	1.60	1.72	1.82
17	0.82	0.94	1.05	1.18	1.28	1.40	1.51	1.63	1.74	1.85
18	0.84	0.96	1.08	1.20	1.30	1.42	1.54	1.66	1.77	1.88
19	0.86	0.98	1.10	1.22	1.32	1.45	1.56	1.68	1.79	1.90
20	0.88	1.00	1.11	1.24	1.34	1.46	1.58	1.70	1.81	1.92
21	0.89	1.01	1.13	1.25	1.35	1.48	1.59	1.71	1.83	1.94
22	0.86	0.98	1.11	1.23	1.34	1.47	1.59	1.71	1.84	1.95

6.6 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应超过算术平均值的15%。

7 电导灰分的测定

7.1 方法提要

电导率反映离子化水溶性盐类的浓度。测定已知糖液的电导率，然后应用转换系数可算出电导灰分。本法所用糖液的浓度为31.3 g/100 mL。

7.2 仪器、设备

7.2.1 电导率仪。

7.2.2 天平：感量0.01 g。

7.2.3 温度计：最小刻度0.1℃。

7.3 试剂

7.3.1 蒸馏水或去离子水：精制白砂糖应用电导率低于 $2 \mu\text{S}/\text{cm}$ 的重蒸馏水（蒸馏过两次）或去离子水。对于其他级别白砂糖可用电导率低于 $15 \mu\text{S}/\text{cm}$ 的蒸馏水。

7.3.2 0.01 mol/L 氯化钾溶液：取分析纯氯化钾，加热至 $500 \text{ }^\circ\text{C}$ ，脱水 30 min，冷却，称取 0.745 5 g，溶解于 1 000 mL 容量瓶中，用水定容。

7.3.3 0.002 5 mol/L 氯化钾溶液：吸取 0.01 mol/L 氯化钾溶液 50 mL 于 200 mL 容量瓶内，加水稀释至标线。此溶液在 $20 \text{ }^\circ\text{C}$ 时的电导率为 $328 \mu\text{S}/\text{cm}$ 。

7.4 测定步骤

称取样品 $(31.3 \pm 0.02) \text{ g}$ （精确到 0.01 g）于干烧杯中，加蒸馏水溶解并移入 100 mL 容量瓶中，用蒸馏水多次冲洗烧杯及玻璃棒，洗水一并移入容量瓶中，加蒸馏水至标线，摇匀，先用样液冲洗测定电导率用的电导电极及干洁小烧杯 2~3 次，然后倒入样液，用电导率仪测定样液电导率，记录读数及读数时的样液温度。

电导池常数应用 0.002 5 mol/L 氯化钾溶液校核计量。

7.5 计算及结果表示

样品的电导灰分按公式 (9) 计算：

$$C = 6 \times 10^{-4} \times (C_1 - 0.35C_2) \dots\dots\dots (8)$$

式中：

C ——电导灰分，单位为克每一百克 (g/100g)；

C_1 ——31.3 g/100mL 糖液在 $20.0 \text{ }^\circ\text{C}$ 时的电导率，单位为微西每厘米 ($\mu\text{S}/\text{cm}$)；

C_2 ——溶糖用蒸馏水在 $20.0 \text{ }^\circ\text{C}$ 时的电导率，单位为微西每厘米 ($\mu\text{S}/\text{cm}$)。

计算结果保留两位小数。

若不在 $20.0 \text{ }^\circ\text{C}$ 则按公式 (10) 校正，但测量温度一般不要超出 $(20.0 \pm 5.0) \text{ }^\circ\text{C}$ 。至于溶糖用蒸馏水电导率的温度校正，因影响甚微可忽略不计。

$$C_{20.0^\circ\text{C}} = \frac{C_t}{1 + 0.026(t - 20)} \dots\dots\dots (9)$$

式中：

$C_{20.0^\circ\text{C}}$ ——在 $20.0 \text{ }^\circ\text{C}$ 时糖液电导率，单位为微西每厘米 ($\mu\text{S}/\text{cm}$)；

C_t ——在 t 时糖液电导率，单位为微西每厘米 ($\mu\text{S}/\text{cm}$)；

t ——测定糖液电导率时糖液的温度，单位为摄氏度 ($^\circ\text{C}$)。

7.6 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应超过算术平均值的 10%。

8 干燥失重的测定

8.1 方法提要

采用常压干燥箱干燥技术，干燥后，在同一条件下冷却，测得失去质量的百分数。

8.2 仪器、设备

8.2.1 恒温干燥箱。

8.2.2 天平：感量 0.1 mg。

8.2.3 干燥器。

8.2.4 扁型称量瓶，直径为 6 cm~10 cm，深度为 2 cm~3 cm。

8.3 测定步骤

将干燥箱应预热至130℃。将已打开盖的空称量瓶及其盖子一同放入干燥箱中干燥30 min，然后将称量瓶盖上盖子，从干燥箱中取出，放入干燥器中冷却至室温，尽快称取样品(10±1)g(精确到1 mg)于称量瓶中，盖上盖子，样品在称量瓶中要摊平，在干燥箱温度达到130℃时打开称量瓶盖，放入干燥箱中干燥20 min，将盖子盖上后取出放入干燥器内，冷却至室温，称量。

8.4 计算及结果表示

样品的干燥失重按公式(11)计算：

$$X = \frac{W_2 - W_3}{W_2 - W_1} \times 100 \dots\dots\dots(10)$$

式中：

- X——干燥失重，单位为克每一百克(g/100g)；
- W₂——称量瓶连同干燥前样品的质量，单位为克(g)；
- W₃——称量瓶连同干燥后样品的质量，单位为克(g)；
- W₁——称量瓶的质量，单位为克(g)。

计算结果保留两位小数。

8.5 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应超过算术平均值的15%。

9 色值的测定

9.1 方法提要

以pH(7.00±0.02)缓冲溶液溶解样品，经滤膜过滤后，在420 nm波长条件下测量溶液的吸光系数，将吸光系数的数值乘以1 000，即为国际糖品统一分析委员会(ICUMSA)色值，结果定为ICUMSA单位(IU)。

9.2 仪器、设备

9.2.1 分光光度计应符合下列规格。测量范围：透过率0%~100%。波长误差：在420 nm处波长误差不大于±1 nm。

9.2.2 比色皿：厚度应选择使仪器透光度读数在20%~80%之间，配套使用的同一光径比色皿间的透光度之差不大于0.2%（在440 nm波长下，用含铬量30 μg/mL的重铬酸钾标准溶液进行检定）。

9.2.3 阿贝折射仪：折射率测量范围1.300~1.700，折射率最小分度值0.000 5，蔗糖质量分数锤度(°Bx)0~95，最小分度值：0.2。

9.2.4 pH(酸度)计：分度值或最小显示值0.02。

9.2.5 滤膜过滤器：滤膜应当厚薄均匀，膜面上分布着对称、均匀、穿透性强的微孔，孔径为0.45 μm，孔隙度达80%，孔道呈线性状而互不干扰，滤膜与直径150 mm糖品过滤器配套使用。

9.2.6 天平：感量0.01 g。

9.3 试剂

9.3.1 0.1 mol/L 盐酸溶液：用吸量管吸取8.4 mL浓盐酸(相对密度为1.19)于预先放有适量蒸馏水的1 000 mL容量瓶中，然后稀释至刻度。

9.3.2 三乙醇胺-盐酸缓冲溶液：称取14.92 g三乙醇胺[(HOCH₂CH₂)₃N]，用蒸馏水溶解并定容于1 000 mL容量瓶中，然后移入2 000 mL烧杯内，加入0.1 mol/L盐酸溶液约800 mL，搅拌均匀并继续用0.1 mol/L盐酸调pH到(7.00±0.02)[用酸度计的电极浸于此溶液中测量pH]。贮于棕色玻璃瓶中。

9.4 测定步骤

称取 100.0 g (精确到 0.1 g) 样品于 250 mL 烧杯中, 加入三乙醇胺-盐酸缓冲溶液 135 mL, 搅拌至完全溶解。倒入已预先铺好 0.45 μm 孔径微孔膜的过滤器中, 在真空下抽滤, 弃去最初 50 mL 左右的滤液, 收集滤液应不少于 50 mL, 用折射仪测定滤液的折光锤度, 然后用比色皿装盛糖液, 在分光光度计上用 420 nm 波长测定其吸光度, 同时用经过过滤的三乙醇胺-盐酸缓冲溶液调零。

9.5 计算及结果表示

样品的色值按公式 (12) 计算:

$$S = \frac{A}{b \times c} \times 1000 \dots\dots\dots (11)$$

式中:

S——色值, 单位为国际糖色值单位 (IU);

A——在 420 nm 波长测得样液的吸光度;

b——比色皿厚度, 单位为厘米 (cm);

c——样液浓度 (由改正到 20 °C 的折光锤度乘以系数 0.9862, 然后查表 3 求得), 单位为克每毫升 (g/mL)。

计算结果取整数。

表 3 蔗糖溶液折光锤度与每毫升含蔗糖克数 (在空气中) 对照表

折光锤度 /°Bx	浓度 / (g/mL)	折光锤度 /°Bx	浓度 / (g/mL)	折光锤度 /°Bx	浓度 / (g/mL)	折光锤度 /°Bx	浓度 / (g/mL)
40.0	0.4702	41.3	0.4882	42.6	0.5065	43.9	0.5249
40.1	0.4715	41.4	0.4896	42.7	0.5079	44.0	0.5263
40.2	0.4729	41.5	0.4910	42.8	0.5093	44.1	0.5278
40.3	0.4743	41.6	0.4924	42.9	0.5107	44.2	0.5292
40.4	0.4757	41.7	0.4938	43.0	0.5121	44.3	0.5306
40.5	0.4771	41.8	0.4952	43.1	0.5135	44.4	0.5321
40.6	0.4785	41.9	0.4966	43.2	0.5150	44.5	0.5335
40.7	0.4799	42.0	0.4980	43.3	0.5164	44.6	0.5349
40.8	0.4812	42.1	0.4994	43.4	0.5178	44.7	0.5364
40.9	0.4826	42.2	0.5008	43.5	0.5192	44.8	0.5378
41.0	0.4840	42.3	0.5022	43.6	0.5206	44.9	0.5392
41.1	0.4854	42.4	*0.5036	43.7	0.5221		
41.2	0.4866	42.5	0.5051	43.8	0.5235		

9.6 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应超过算术平均值的 4%。

10 不溶于水杂质的测定

10.1 方法提要

用过滤孔径不大于 40 μm 的坩埚式玻璃过滤器, 上面铺一层约 5 mm 厚经稀盐酸溶液洗涤并以水冲洗干净的玻璃纤维 (或与滤板相配合的紧密绒布或毛布), 将糖液减压抽滤, 再用蒸馏水进行减压过滤洗涤滤渣, 然后干燥至恒重。

10.2 仪器、设备

10.2.1 坩埚式玻璃过滤器：孔径 40 μm。

10.2.2 干燥箱。

10.2.3 带温度计干燥器。

10.2.4 分析天平：感量 0.01 g、0.1 mg。

10.3 试剂

10.3.1 1%α-萘酚乙醇溶液：称取 α-萘酚 1 g，用 95%乙醇溶解至 100 mL。

10.3.2 浓硫酸：含硫酸 95%~98%。

10.4 步骤

10.4.1 测定

称取 250.0 g（精确到 0.1 g）样品于 1 000 mL 烧杯中，加入不超过 40 ℃的蒸馏水，搅拌至完全溶解，倾入干燥至恒重的玻璃过滤器中进行减压过滤。用水充分洗涤滤渣，用 α-萘酚乙醇溶液检查，至洗涤液不含糖分为止，将过滤器连同滤渣置于 125 ℃~130 ℃的干燥箱中干燥后，取出置于干燥器中，冷却至室温，进行首次称量。烘干约半小时，冷却称量 1 次，直到相继两次质量之差不超过 0.000 2 g，记录其质量。

微糖检验方法：取 2 mL 洗涤液于试管中，加入数滴 1%α-萘酚乙醇溶液，再沿管壁缓缓加入 2 mL 浓硫酸。蔗糖在浓硫酸存在下与酚类起极强的呈色反应，在水与酸的界面出现紫色环，说明有蔗糖存在，若为黄绿色环说明无蔗糖存在。

10.4.2 计算及结果表示

样品的不溶于水杂质按公式（13）计算：

$$F = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 10^6 \dots\dots\dots(12)$$

式中：

F ——不溶于水杂质，单位为毫克每千克（mg/kg）；

m_2 ——干燥过滤器连同介质与不溶于水杂质的质量，单位为克（g）；

m_1 ——干燥过滤器连同过滤介质的质量，单位为克（g）；

m_0 ——所称取样品的质量，单位为克（g）。

计算结果取整数。

10.5 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应超过算术平均值的 15%。

11 卫生指标（二氧化硫、总砷、铅、菌落总数、大肠菌群、致病菌、霉菌、酵母菌、螨）

按 GB13104 中规定的方法测定。

附录 A

(规范性附录)

糖液折光锤度温度校正表 (标准温度 20 °C)

表A.1 糖液折光锤度温度校正表 (标准温度20 °C)

温 度 /°C	锤 度						
	0	5	10	15	20	25	30
温度低于 20 °C 时应减之数							
10	0.50	0.54	0.58	0.61	0.64	0.66	0.68
11	0.46	0.49	0.53	0.55	0.58	0.60	0.62
12	0.42	0.45	0.48	0.50	0.52	0.54	0.56
13	0.37	0.40	0.42	0.44	0.46	0.48	0.49
14	0.33	0.35	0.37	0.39	0.40	0.41	0.42
15	0.27	0.29	0.31	0.33	0.34	0.34	0.35
16	0.22	0.24	0.25	0.26	0.27	0.28	0.28
17	0.17	0.18	0.19	0.20	0.21	0.21	0.21
18	0.12	0.13	0.13	0.14	0.14	0.14	0.14
19	0.06	0.06	0.06	0.07	0.07	0.07	0.07
温度高于 20 °C 时应加之数							
21	0.06	0.07	0.07	0.07	0.07	0.08	0.08
22	0.13	0.13	0.14	0.14	0.15	0.15	0.15
23	0.19	0.20	0.21	0.22	0.22	0.23	0.23
24	0.26	0.27	0.28	0.29	0.30	0.30	0.31
25	0.33	0.35	0.36	0.37	0.38	0.38	0.39
26	0.40	0.42	0.43	0.44	0.45	0.46	0.47
27	0.48	0.50	0.52	0.53	0.54	0.55	0.55
28	0.56	0.57	0.60	0.61	0.62	0.63	0.63
29	0.64	0.66	0.68	0.69	0.71	0.72	0.72
30	0.72	0.74	0.77	0.78	0.79	0.80	0.80

中 华 人 民 共 和 国
轻 工 行 业 标 准
冰 糖 试 验 方 法
QB/T 5010—2016

*

中国轻工业出版社出版发行
地址：北京东长安街6号
邮政编码：100740
发行电话：(010)65241695
网址：<http://www.chlip.com.cn>
Email：club@chlip.com.cn

轻工业标准化编辑出版委员会编辑
地址：北京西城区下斜街29号
邮政编码：100053
电话：(010)68049923/24/25

*

版权所有 侵权必究
书号：155019·4780

印数：1—200册 定价：22.00元