

ICS 67.180
分类号: X30
备案号: 55586-2016

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 5011—2016

方糖试验方法

Testing method for cube 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）、广西农垦糖业集团股份有限公司、广州市华侨糖厂、太古糖业（中国）有限公司、南京甘汁园糖业有限公司、东莞市东糖集团有限公司、广西洋浦南华糖业集团股份有限公司、云南英茂糖业（集团）有限公司、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、营口北方糖业有限公司、南宁糖业股份有限公司、广西凤糖生化股份有限公司、广西永鑫华糖集团有限公司、广东恒福糖业集团有限公司、广西贵糖（集团）股份有限公司、广西湘桂糖业集团有限公司、广西大学、华南理工大学、东莞理工学院、广西博庆食品有限公司、广西柳州柳冰食品厂、广西南宁东亚糖业集团、广东金岭糖业集团有限公司、云南力量生物制品（集团）有限公司、新疆绿翔糖业有限责任公司、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：柯华南、肖凌、李锦生、蔡铁华、赵壁秋、刘汉德、农光、李家威、杨李胜、刘志鹏、邓倩南、钟宏星、余娟、刘学文、张婷、肖爱玲、平秋婷、范晓明、李海乔、余构彬、何华柱、梁逸、王修明、李京、蒙军、焦念民、于淑娟、刁晓、凌以恕、肖锋、吴遂、梁争柱、马银昌、蔡纯、林水栖、凌宗仁、赵金力、秦春城、杨运生、邹恩龄、温凯、李政、周玉生、王亚彪、郑权、李国有、李凯、陈子华、罗新伟、李俊贵、扶雄、平亚军、章科翔、王勇、郭剑雄。

本标准为首次发布。

方糖试验方法

1 范围

本标准规定了方糖感官、碎糖量、蔗糖分、还原糖分、电导灰分、干燥失重、色值、混浊度、不溶于水杂质、硬度的测定方法。

本标准适用以白砂糖为原料生产的方糖。

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，仅所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样品放于洁净的白瓷盘中，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之。

4 样品的制备

将1.0 kg试样用瓷研钵迅速粉碎成散碎的晶体颗粒，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。测定碎糖量和硬度时样品不用粉碎。

5 碎糖量的测定

5.1 方法提要

盒内方糖块质量小于应有质量25%以下的碎糖和糖粉质量占方糖整体质量的百分率。

5.2 仪器、设备

天平：感量 0.1 g。

5.3 试验步骤

5.3.1 测定

随机抽取样品两盒，用天平称取其总质量（ m_1 ）及称取样品内方糖块质量小于应有质量25%以下的碎糖和糖粉的总质量（ m_2 ），精确至0.1 g。

5.3.2 计算结果及表示

碎糖量 X 按公式（1）计算，以 g/100g 表示：

$$X = \frac{m_2}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——样品的碎糖量，单位为克每百克（g/100g）；

m_2 ——方糖块质量小于应有质量25%以下的碎糖和糖粉的总质量，单位为克（g）；

m_1 ——两盒方糖总质量，单位为克（g）。

计算结果保留到小数点后1位。

5.4 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%。

6 蔗糖分的测定

6.1 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26.0000 g纯蔗糖(在真空中为26.0160 g),在20.00 ℃时溶成体积为100.000 mL],用 $\lambda=546.2271$ nm波长的光(汞光¹⁹⁸Hg的绿色偏振光),在温度为20.00 ℃时,用200.00 mm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 ‰(国际糖度),并且标尺在0 ‰和100 ‰之间进行线性分度。与100 ‰相当的旋光值为:

$$\alpha_{546.2271\text{nm}}^{20.00\text{℃}} = 40.777^\circ \pm 0.001^\circ \dots\dots\dots (2)$$

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 ‰相当的旋光值为:

$$\alpha_{589.4400\text{nm}}^{20.00\text{℃}} = 34.626^\circ \pm 0.001^\circ \dots\dots\dots (3)$$

在氦/氖(He/Ne)激光波长下,100 ‰相当的旋光值为:

$$\alpha_{632.9914\text{nm}}^{20.00\text{℃}} = 29.751^\circ \pm 0.001^\circ \dots\dots\dots (4)$$

6.2 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 ‰的检糖计,测定规定量糖样品的水溶液的旋光度。

6.3 仪器、设备

6.3.1 检糖计

检糖计应根据国际糖度标尺,按糖度(‰)刻度的,测量范围能够从-30 ‰~+120 ‰,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‰刻度的检糖计仍然可使用,但读数S应乘上一个系数0.99971转换为‰。

6.3.2 容量瓶

容量:(100.00±0.02) mL,应分别用(20.0±0.1) ℃的水称量加以校正。容量瓶的容量在(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。

6.3.3 旋光观测管

长度:(200.00±0.02) mm。

6.3.4 分析天平

感量0.1 mg。

6.3.5 试剂

蒸馏水：不含旋光物质。

6.3.6 检糖计的校准

检糖计要用经法定的计量机构检定合格的标准石英管校准。

6.3.6.1 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℃，测定旋光度时环境及糖液的温度尽可能接近20℃，应在15℃~25℃的范围内。如果这个温度与20℃相差大于±0.2℃，则采用公式（5）进行标准石英管旋光度的温度校正：

$$\alpha_t = \alpha_{20} [1 + 1.44 \times 10^{-4} (t - 20)] \dots \dots \dots (5)$$

式中：

t ——读数时石英管的温度，单位为摄氏度（℃）；

α_t —— t 时，标准石英管的旋光值，单位为国际糖度（°Z）；

α_{20} ——20℃时，标准石英管的旋光值，单位为国际糖度（°Z）。

6.3.6.2 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

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/氛激光	633	1.03 172

6.4 溶液的配制

称取样品（26.000±0.002）g于干洁的小烧杯中，加蒸馏水40 mL~50 mL，使其完全溶解。移入100 mL的容量瓶中，用少量蒸馏水冲洗烧杯及玻璃棒不少于3次，每次倒入洗水后，摇匀瓶内溶液，加蒸馏水至容量瓶标线附近。至少放置10 min使达到室温，然后加蒸馏水至容量瓶标线下约1 mm处。有气泡时，可用乙醚或乙醇消除。加蒸馏水至标线，充分摇匀。

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

6.5 旋光度的测定

用待测的溶液将旋光观测管至少冲洗2次，装满观测管，注意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；如用自动检糖计，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，立即测定观测管内溶液的温度，并记录至0.1℃。

6.6 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℃，应在15℃~25℃的范围内。如果旋光度不是在（20.0±0.2）℃时测定的，则应校正到20.0℃。

方糖样品的蔗糖分P按公式（6）、（7）计算，以百分数表示，计算结果取到1位小数。

采用石英楔补偿器的检糖计：

$$P = P_t [1 + 0.00032 \times (t - 20)] \dots \dots \dots (6)$$

没有石英楔补偿器的检糖计:

$$P = P_t[1 + 0.00019 \times (t - 20)] \dots\dots\dots (7)$$

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)。

当平行测定符合精密度所规定的要求时, 取平行测定的算术平均值作为结果, 取小数点后两位。

6.7 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应超过算术平均值的0.05%。

7 还原糖分的测定

7.1 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) 都应严格按照标准规定执行。

7.2 仪器、设备

7.2.1 锥形烧瓶: 容量 300 mL。

7.2.2 滴定管: 50 mL, 刻度刻至 0.1 mL。

7.3 试剂

7.3.1 奥氏试剂: 分别称取硫酸铜 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 5.0 g, 酒石酸钾钠 ($\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{KNa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 300 g 及无水碳酸钠 (Na_2CO_3) 10.0 g, 磷酸氢二钠 ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) 50.0 g (或无水磷酸氢二钠 19.8 g), 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, 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。

7.3.2 硫代硫酸钠贮备溶液: 取硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 20 g 及无水碳酸钠 (Na_2CO_3) 0.1 g (或 1 mol/L 氢氧化钠溶液 1 mL), 用经煮沸灭菌蒸馏水溶解, 定容至 500 mL, 保存于棕色试剂瓶中, 放置 8 天~14 天后过滤备用。

7.3.3 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.0323 \text{ mol/L}$ 硫代硫酸钠溶液, 需用时配制如下: 吸取硫代硫酸钠贮备溶液 100 mL, 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: 准确称取于 120 °C 烘至恒重的基准重铬酸钾约 1.58 g ± 0.01 mg。用约 100 mL 水溶解, 然后移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。准确用移液管吸取该溶液 25 mL, 注入 250 mL 容量瓶中, 加 2 g 碘化钾和 2 mol/L 硫酸 15 mL, 将瓶盖塞紧, 轻轻摇匀, 于暗处放 5 min, 加 100 mL 水, 用待标定的硫代硫酸钠溶液滴至淡黄色时, 加 5 g/L 淀粉指示液 2 mL, 继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色为终点。记下硫代硫酸钠耗用毫升数, 此项标定应进行多次, 直至两次的相对误差在 0.2% 以内。同时做空白试验。

计算:

硫代硫酸钠标准溶液的量浓度按公式 (8) 计算:

$$c_{(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} = \frac{m \times 25}{49.03 \times (V - V_1)} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

- $C_{(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}$ —— $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 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)。

7.3.4 $c(1/2 \text{I}_2) = 0.0323 \text{ mol/L}$ 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 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (7.3.3) 标定, 贮存于具有玻璃塞密封的棕色瓶内。

7.3.5 淀粉指示剂: 称取可溶性淀粉 1.0 g, 加 10 mL 水, 搅拌下注入 200 mL 沸水中, 再煮沸 2 min, 冷却, 溶液于使用前制备。

7.4 试验步骤

7.4.1 测定

称取方糖样品 1 g~10 g (精确到 0.01 g) 用 50 mL 蒸馏水溶解于 300 mL 三角瓶中, 糖液含转化糖不超过 20 mg, 然后加入 50 mL 奥氏试剂, 充分混合, 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 (煮沸开始的时间, 不是从瓶底发生气泡时算起, 而是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, 加入冰乙酸 1 mL, 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, 用量杯沿三角瓶壁加入 1 mol/L 的盐酸 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, 加入淀粉指示剂 2 mL~3 mL, 继续滴定至蓝色褪尽为止。

7.4.2 计算及结果表示

方糖样品的还原糖分 R 按公式 (9) 计算, 以 g/100g 表示, 计算结果取到两位小数:

$$R = \frac{(A - B - I) \times 0.001 \times 100}{m} \dots\dots\dots (9)$$

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 蔗糖还原作用的校正值 (见表 2)。

当平行测定符合精密度所规定的要求时, 取平行测定的算术平均值作为结果, 精确至 0.01%。

表 2 校正值

消耗碘液/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

表 2 (续)

消耗碘液/mL	样品质量/g									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
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

7.5 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25%。

8 电导灰分的测定

8.1 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。

8.2 仪器、设备

电导率仪:测量范围:0.00 $\mu\text{S}/\text{cm}$ ~1.99 mS/cm ;测量误差:不应大于满量程的0.5%,刻度单位: $\mu\text{S}/\text{cm}$ 。

8.3 试剂

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

8.3.2 0.01 mol/L 氯化钾溶液:取分析纯等级的氯化钾,加热至500 $^{\circ}\text{C}$,脱水30 min,冷却,称取0.745 5 g,溶解于1 000 mL容量瓶中,并加水至标线。

8.3.3 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 $^{\circ}\text{C}$ 时的电导率为328 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 。

8.4 试验步骤

8.4.1 测定

称取方糖(31.3±0.1)g于干洁烧杯中,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。

8.4.2 计算结果及结果表示

方糖样品的电导灰分 K 按公式(10)计算,以g/100g表示,计算结果取到两位小数:

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

式中:

K ——电导灰分,单位为克每一百克(g/100g);

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

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

8.4.3 温度校正

测定电导率的标准温度为20.0 °C,若不在20.0 °C则按公式(11)校正,但测量温度一般不应超过(20.0±5.0) °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。

$$C_{20^\circ\text{C}} = \frac{C_t}{1 + 0.026(t - 20)} \dots\dots\dots (11)$$

式中:

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

t ——测定糖液电导率时糖液的温度,单位为摄氏度(°C)。

当平行测定符合精密度所规定的要求时,取平行测定的算术平均值作为结果,精确至0.01%。

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10%。

9 干燥失重的测定

9.1 方法提要

采用常压烘箱干燥技术,烘干后,在同一条件下冷却。

9.2 仪器、设备

9.2.1 干燥箱:测定过程中,离称量瓶上面(2.5±0.5) cm处的温度应保持在(105±1) °C(或(130±1) °C)。

9.2.2 带温度计干燥器。

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

9.3 试验步骤

9.3.1 测定

将干燥箱预热至105 °C(a法)或130 °C(b法)。将已打开盖的干洁空称量瓶及其盖子一同放入干燥箱中,干燥30 min,然后将称量瓶盖盖,从干燥箱中取出,放入干燥器中冷却至室温。将称量瓶称量并尽快称取20 g~30 g(a法)或9.5 g~10.5 g(b法)样品(应准确至±0.1 mg),样品在称量瓶中应摊平,然后将盛有样品已开盖的称量瓶及其盖子一同放入预热至105 °C(a法)或130 °C(b法)的干

干燥箱中，准确地干燥3 h (a法) 或 18 min (b法)，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，称量，应准确至±0.1 mg。

不必干燥到恒重，但应确保在测定的任何阶段，都不应有砂糖的有形损失，盛皿均应用干洁的坩埚夹夹拿。

注：(a) 法为仲裁法；(b) 法为常规法。

9.3.2 计算及结果表示

方糖样品的干燥失重*D*按公式(12)计算，以g/100 g表示，计算结果取到两位小数：

$$D = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \dots\dots\dots (12)$$

式中：

D——干燥失重，单位为克每一百克 (g/100g)；

*m*₂——称量瓶及干燥前样品的质量，单位为克 (g)；

*m*₃——称量瓶及干燥后样品的质量，单位为克 (g)；

*m*₁——称量瓶的质量，单位为克 (g)。

计算结果保留两位小数。

9.4 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%。

10 色值的测定

10.1 方法提要

以pH 7.00±0.02缓冲溶液溶解方糖样品，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ICUMSA色值，结果定为ICUMSA单位 (IU)。

10.2 仪器、设备

10.2.1 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。

10.2.2 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)。

10.2.3 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。

10.2.4 pH (酸度) 计：分度值或最小显示值 0.02。

10.2.5 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。

10.3 试剂

10.3.1 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。

10.3.2 三乙醇胺-盐酸缓冲溶液：称取三乙醇胺 [(HOCH₂CH₂)₃N] 14.92 g，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，搅拌均匀并继续使用 0.1 mol/L 盐酸调到 pH 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。

10.4 试验步骤

10.4.1 测定

称取方糖样品 100.0 g 于 200 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，并用经过过滤的三乙醇胺-盐酸缓冲溶液调零。

10.4.2 计算及结果表示

方糖样品的色值S按公式(13)计算，单位为IU，计算结果取整数：

$$S = \frac{A}{b \times c} \times 1000 \dots\dots\dots (13)$$

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℃的折光锤度乘上一系数0.986 2，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

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		

10.4.3 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应超过算术平均值的4%。

11 混浊度的测定

11.1 方法提要

当单色光透过含有悬浮粒子（混浊）的溶液时，由于悬浮粒子引起光的散射，单色光强度产生衰减，以光的衰减程度减去颜色的影响表示溶液的混浊度。

11.2 仪器、设备

同10.2。

11.3 试验步骤

11.3.1 测定

取待测色值的未过滤糖液，在与测定色值相同条件下（420 nm 波长），测其吸光度，并按公式（14）计算其衰减指数 M ：

$$M = \frac{A}{b \times c} \times 1000 \dots\dots\dots (14)$$

式中：

M ——衰减指数，单位为毫衰减单位（MAU）；

A ——在420 nm波长测得未过滤的样液吸光度；

b ——比色皿厚度，单位为厘米（cm）；

c ——样液浓度（由改正到20℃的折光锤度乘上一系数0.9862，然后查表6求得），单位为克每毫升（g/mL）。

11.3.2 计算及结果表示

方糖样品的混浊度 T 按公式（15）计算，单位为毫衰减单位（MAU），计算结果取整数：

$$T = M_1 - M_2 \dots\dots\dots (15)$$

式中：

T ——混浊度，单位为毫衰减单位（MAU）；

M_1 ——过滤前溶液衰减指数，单位为毫衰减单位（MAU）；

M_2 ——微孔膜过滤后糖液色值指数，单位为为毫衰减单位（MAU）。

计算结果取整数。

注：色值指数即国际糖色值。

11.4 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%。

12 不溶于水杂质的测定

12.1 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。

12.2 仪器、设备

12.2.1 坩埚式玻璃过滤器：孔径40 μm。

12.2.2 干燥箱。

12.2.3 带温度计干燥器。

12.2.4 分析天平：感量0.1 mg。

12.3 试剂

12.3.1 10 g/L α-萘酚乙醇溶液：称取α-萘酚1.0 g，用95%乙醇溶解至100 mL。

12.3.2 浓硫酸：密度为1.84 g/mL。

12.4 试验步骤

12.4.1 测定

称取样品500.0 g于1 000 mL烧杯中（精制方糖则称取1 000.0 g于2 000 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，至洗涤液中检测不到糖分为止，将过滤器连同滤渣置于125℃~130℃的干燥箱中干燥约1h后，取出置于干燥器中，冷却至室温，进行首次称量。然后继续烘干约半小时，冷却称量一次，直到相继两次质量之差不超过0.0005g，可认为达到恒重，记录其质量。

微糖检验方法：取2mL洗涤液于试管中，加入数滴10g/L α-萘酚乙醇溶液，再沿管壁缓缓加入2mL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。

12.4.2 计算及结果表示

每千克方糖样品所含不溶于水杂质 F 按公式(16)计算：

$$F = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 10^6 \quad (16)$$

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质量，单位为克(g)；

m_1 ——干燥过滤器连同过滤介质质量，单位为克(g)；

m_0 ——所称取方糖样品质量，单位为克(g)。

计算结果取到整数。

12.5 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%。

13 硬度的测定

13.1 方法提要

用方糖硬度测试仪测出方糖破碎时承受的极限压强即方糖硬度，以MPa表示。

13.2 仪器、设备

13.2.1 卡尺：精度0.05mm。

13.2.2 方糖硬度测试仪。

13.3 试验步骤

13.3.1 测定

用卡尺量度方糖样品的长度和宽度并记录数值，然后以方糖块最大面积平放在硬度测试板上。将糖块夹紧，并开始加压，直至方糖块破碎，记录此时压力表的压力值(MPa)。同一样品随机抽取5个放糖块进行重复测定。

13.3.2 计算结果及表示

方糖的硬度 H 按公式(17)计算，以MPa表示：

$$H = \frac{P \times S}{L \times b} \quad (17)$$

式中：

H ——样品的硬度，单位为兆帕(MPa)；

P ——硬度测定仪的压力值，单位为兆帕(MPa)；

S ——硬度测定仪活塞面积，单位为平方厘米(cm²)；

L ——方糖块最大面积对应的长度，单位为厘米(cm)；

b ——方糖块最大面积对应的宽度，单位为厘米(cm)。

测定 5 次的算术平均值为该样品的硬度，计算结果保留到小数点后 1 位。

13.4 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%。

14 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 GB 13104 中规定的方法测定。

中华人民共和国
轻工行业标准
方糖试验方法
QB/T 5011—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：155019·4781
印数：1—200册 定价：28.00元