ICS 67.180
CCS X31

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T XXXX－XXXX
代替 QB/T 2343.2－2013

赤砂糖试验方法

Testing method of brown granulated sugar

报批稿

本稿完成时间：2023-11-10

XXXX-××-××发布　　XXXX-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示

前　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替QB/T 2343.2-2013《赤砂糖试验方法》，与QB/T 2343.2-2013相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a） 更改了标准范围（见1，2013版的第1章）；

b） 删除了硫酸灰分试验方法（见2013版的第9章）；

c） 删除了螨试验方法（见2013版的第10章）。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国制糖标准化技术委员会（SAC/TC 373）归口。

本文件起草单位：广东省科学院生物与医学工程研究所、中粮崇左糖业有限公司、广州华糖食品有限公司、广西洋浦南华糖业集团股份有限公司、广东产品质量监督检验研究院、南京甘汁园股份有限公司、广西农投糖业集团股份有限公司、广西广业贵糖糖业集团有限公司、广西凤糖生化股份有限公司、广东金岭糖业集团有限公司、内蒙古佰惠生新农业科技股份有限公司、上海仪电物理光学仪器有限公司、台山市甘蔗林糖业有限公司、国家糖业质量检验检测中心。

本文件主要起草人：黄雪影、高裕锋、黄敏兴、陈晓初、赵丹霞、钟宏星、陈捷、黄志华、蒙军、欧阳铸、蔡铁华、覃海纯、陈培源、李政、林伟进、宿彦良、孙流星、林雁联、刘辉、王桂华、覃长娜、余健斌、谭炜彤、郭桂筱。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1997年首次发布为QB/T 2343.2-1997；

——2013年第一次修订；

——本次为第二次修订。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示

赤砂糖试验方法

1 范围

本文件描述了赤砂糖感官、蔗糖分、还原糖分、干燥失重、不溶于水杂质的试验方法。

本文件适用于赤砂糖感官、蔗糖分、还原糖分、干燥失重和不溶于水杂质的检验，其他食糖感官、蔗糖分、还原糖分、干燥失重和不溶于水杂质的检验参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682 分析实验室用水所用规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 感官

取适量的赤砂糖样品，平铺在洁净的白色瓷盘中，在明亮的自然光线下观测其色泽、形态、杂质，并闻其气味、口尝其滋味。

5 蔗糖分

5.1 方法提要

用二次旋光法测定。测得赤砂糖溶液转化前后的旋光读数，按相关公式进行计算，求得其蔗糖分。

5.2 仪器、设备

5.2.1 检糖计

检糖计：根据国际糖度标尺，按糖度（ºZ）刻度，测量范围为-30 ºZ～+120 ºZ，自动检糖计准确度应为0.05 ºZ，目视检糖计应精确至0.1 ºZ。

按旧糖度ºS刻度的检糖计仍可使用，但结果应乘上系数0.99971转换为ºZ。

5.2.2 旋光观测管

长度（200.00±0.02） mm或（100.00±0.01） mm。须由法定的计量机构出具合格证明，或者用具有该项证明的观测管来进行校验。

5.2.3　容量瓶：100 mL，250 mL。

5.2.4　分析天平：感量 0.0001 g。

5.2.5　精密温度计：分辨力不低于 0.1 ℃。

5.3　试剂

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的三级水。

5.3.1　碱性醋酸铅（糖用）$Pb(CH_3COO)_2 \cdot Pb(OH)_2$。

5.3.2　24.85 ºBx 盐酸溶液：以浓盐酸（相对密度 1.19）1000 mL 缓缓加入 850 mL 蒸馏水中，并准确修正其浓度至 24.85 ºBx（20 ℃）。

5.3.3　231.5 g/L 氯化钠溶液：称取在 120 ℃干燥过的氯化钠 231.5 g，溶于适量蒸馏水中，移入 1000 mL 容量瓶，加蒸馏水稀释至刻度。

5.4　测定步骤

5.4.1　检糖计的校准

5.4.1.1　一般要求

检糖计要用经法定的计量机构检定或校准合格的标准石英管校准。

5.4.1.2　石英管旋光度的温度校正

使用检糖计（无石英楔补偿器的）读取石英管读数时的温度应测定，并记录到0.2 ℃，如果这个温度与20 ℃相差大于±0.5 ℃，则采用式（1）进行标准石英管旋光度的温度校正。

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

式中：

α_t——t ℃时，标准石英管的旋光值，单位为国际糖度（ºZ）；

α_{20}——20 ℃时，标准石英管的旋光值，单位为国际糖度（ºZ）；

t——读取石英管读数时石英管的温度，单位为摄氏度（℃）。

5.4.1.3　不同波长下石英管的换算系数

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，或按表1进行换算。

表1　不同波长下石英管的换算系数

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
氦-氖激光	633	1.003 172

5.4.2　样液制备

称取赤砂糖样品（65.000 ±0.002 ）g于干燥、洁净的200 mL烧杯中，加入适量蒸馏水使其完全溶解，然后定容于250 mL容量瓶中。

5.4.3　测定

取样液约200 mL于三角瓶内，加入碱性醋酸铅粉约2 g，迅速摇匀，过滤，以移液管吸取两份50 mL滤液，分别移入两个100 mL容量瓶中，其中一瓶加入231.5 g/L氯化钠溶液10 mL，然后加蒸馏水至刻度，摇匀，如发现浑浊则应过滤，滤液用200 mm观测管测其旋光读数，以此数乘2即得直接旋光读数P，并记录读数时糖液的温度。在另一瓶中先加入蒸馏水20 mL，再加入24.85 ºBx盐酸10 mL，插入温度计，在水浴中准确加热至60 ℃，并在此温度下保持10 min（在最初3 min内应不断摇荡）。取出，浸入冷水中，迅速冷却至读取直接旋光读数时的温度，用少量蒸馏水冲洗粘在温度计上的糖液于容量瓶内并取出温度计，加水至刻度（如溶液色泽较深可加入少量锌粉），充分摇匀，如发现浑浊则应过滤。用200 mm观测管测其旋光读数，以此数乘2得转化旋光读数P'，并用0.1 ℃刻度温度计测出读数时糖液温度t_1（测P及P'时的糖液温度，二者相差不应超过1 ℃）。

5.4.4　计算及结果表示

5.4.4.1　每 100 mL 转化糖液内所含干固物质量 G，数值以 g 表示，按公式（2）计算

$$G=\frac{13\times(100-D)}{100} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

G——每100 mL转化糖液内所含干固物质量，单位为克（g）；

D——干燥失重，单位为克每一百克（g/100g）。

5.4.4.2 赤砂糖样品蔗糖分按式（3）计算，结果保留三位有效数字。

$$S=\frac{100(P-P')}{132.56-0.0794(13-G)-0.53(t_1-20)} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

S——蔗糖分，单位为克每一百克（g/100g）；

P——直接旋光读数，单位为国际糖度（ºZ）；

P'——转化旋光读数，单位为国际糖度（ºZ）；

G——每100 mL转化糖液内所含干固物质量，单位为克（g）；

t_1——测P'时糖液的温度，单位为摄氏度（℃）。

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。

5.4.5 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%。

6 还原糖

6.1 方法提要

按兰-艾农恒容法测定。用赤砂糖糖液滴定一定量的费林氏试剂，滴定前加入预测的水量以保持最终容量恒定（75 mL）。根据耗用赤砂糖样液的量，通过换算可得还原糖的含量。

6.2 仪器、设备

6.2.1 三角瓶：300 mL。

6.2.2 滴定管：50 mL。

6.3 试剂

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的三级水。

6.3.1 纯蔗糖

用40 ℃的热蒸馏水，按700 g/L的质量浓度溶解优级白砂糖或精糖，待完全溶解冷却后，加碳酸钠溶液至pH8.0，用孔径为80 μm～120 μm的玻璃滤器过滤，慢慢加入无水乙醇于滤液中，快速搅拌至糖液中水与乙醇容积比为3:7，这时溶液清澈或稍微浑浊，继续搅拌15 h之后，分离生成的微小蔗糖结晶，用体积分数为70%酒精洗涤，风干或真空干燥，将制备步骤重复操作一次，制得纯蔗糖。

6.3.2 10g/L 标准转化糖液

称取纯蔗糖或蔗糖分在 99.8 g/100g以上的精制白砂糖或优级白砂糖 23.750 g，用蒸馏水约120 mL溶解并移入250 mL的容量瓶中，加入浓盐酸（相对密度1.19）9 mL，摇匀，在室温20 ℃～25 ℃下静置8 d，然后用蒸馏水稀释至刻度。吸取该溶液100 mL（含10 g转化糖）于1000 mL容量瓶中，在不断摇荡下，加入1 mol/L氢氧化钠溶液调节至约pH3.0（所加入的碱量可先用下法确定：另取转化糖液50 mL，以甲基橙作指示剂，以1 mol/L氢氧化钠溶液滴定至红色恰好变为橙色为止，所耗用的氢氧化钠溶液的量乘2即为应加入的碱量），调节pH后加入已用热水溶解的苯甲酸2 g，摇匀，冷却后稀释至刻度。此溶液每100 mL含1 g转化糖，可作为稳定的贮备液。

6.3.3 2.5 g/L 标准转化糖液

准确吸取10 g/L标准转化糖液50 mL，移入200 mL容量瓶中，加酚酞指示液5 滴，在不断摇荡下滴入0.5 mol/L氢氧化钠溶液，直至浅红色出现而不褪色为止，加水稀释至刻度，摇匀。

6.3.4 费林氏溶液

6.3.4.1 配制

费林氏溶液分甲液、乙液，分别配制贮存，在使用之前才按规定迅速混合。混合时应准确地加入等容量的甲液于乙液中，并严格按规定的次序加入，否则开始形成的氢氧化铜沉淀的再溶解可能不完全。

甲液：称取硫酸铜（$CuSO_4 \cdot 5H_2O$）69.28 g，用蒸馏水溶解后，移入1000 mL容量瓶中，加水至刻度，摇匀，过滤即成。

乙液：称取酒石酸钾钠（$NaKC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$）346 g溶于约500 mL蒸馏水中；另称取氢氧化钠100 g溶于约200 mL蒸馏水中。将二者混合，移入1000 mL容量瓶中，加水至刻度，放置2 d。如液面降低，须再加水至刻度，摇匀，过滤即成。

6.3.4.2　标定

用移液管吸取费林氏溶液甲、乙液各10 mL，移入300 mL三角瓶中，加入蒸馏水15 mL，从滴定管加入2.5 g/L标准转化糖液39 mL，轻轻摇匀，将三角瓶置于电炉上加热使溶液沸腾，准确煮沸2 min，加亚甲基蓝指示液3 滴。在糖液保持沸腾的情况下，小心从滴定管继续加转化糖液，至亚甲基蓝蓝色刚刚消失为止，即为终点。整个滴定过程溶液应保持沸腾，且滴定终点应在加入亚甲基蓝后1 min内达到，如果费林氏溶液质量浓度准确，则滴定耗用的2.5 g/L标准转化糖液恰好为40 mL，否则，应按公式（4）计算其浓度校正系数：

$$K = \frac{V}{40} \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：

K——费林氏溶液浓度校正系数；

V——滴定耗用标准转化糖液体积，单位为毫升（mL）。

6.3.5　40 g/L 乙二胺四乙酸二钠（$C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$），即 EDTA 溶液。

称取乙二胺四乙酸二钠40 g，用50 ℃～70 ℃的热水溶解、冷却至室温，加水稀释至1000 mL，摇匀。

6.3.6　50 g/L 草酸钾溶液

称取草酸钾50 g加蒸馏水溶解后稀释至1000 mL。

6.3.7　10 g/L 亚甲基蓝溶液

称取亚甲基蓝1.0 g，加蒸馏水溶解后定容于100 mL容量瓶中。

6.4　测定步骤

6.4.1　样液制备

称取赤砂糖样品26 g（可视样品还原糖含量高低增减样品质量，精确至0.001 g）于100 mL烧杯中，加水适量溶解后移入200 mL容量瓶中，对每1 g样品添加50 g/L草酸钾溶液2 mL于容量瓶中，摇匀后用蒸馏水稀释至刻度，充分摇匀，随即过滤。或对每1 g样品加40 g/L EDTA溶液4 mL于容量瓶中，摇匀后，加蒸馏水稀释至刻度，充分摇匀。

6.4.2　预检

分别用两支10 mL移液管，先吸取费林氏乙液10 mL于三角瓶内，然后再吸甲液10 mL于乙液中，混匀。用滴定管装满样液，调至刻度，从滴定管预加入样液约25 mL于三角瓶内，再加入蒸馏水15 mL，摇匀，放在铺有石棉网的电炉上加热，并准确煮沸2 min（用秒表控制），加入亚甲基蓝指示液

3 ～4 滴，继续滴加糖液至蓝色消失为止，即为终点。此项操作不应超过1 min，使整个沸腾和滴定操作总时间控制在3 min内。记录滴定耗用配制糖液毫升数。

所需加水量等于75 mL减去配制糖液耗用量与费林氏溶液量（20 mL）。

6.4.3 复检

按上述次序吸取费林氏溶液乙液、甲液各10 mL于三角瓶内，加入预检时测得的加水量，用滴定管装满样液，调至刻度，从滴定管加入比预检耗用量约少1 mL的配制样液，摇匀。滴定步骤和预检相同，其沸腾时间亦应准确控制为2 min，滴定至终点亦不应超过1 min，滴定时应轻轻摇动三角瓶，但不应离开热源，使溶液继续保持沸腾，以免空气进入瓶内使亚甲基蓝被氧化而产生误差。

6.5 计算及结果表示

6.5.1 计算及结果要求

赤砂糖中蔗糖、还原糖分含量分别按公式（5）、公式（6）计算，以g/100g表示，计算结果保留三位有效数字。

6.5.2 蔗糖含量

$$G_1 = \frac{m_1 \times V_1 \times S}{10000} \quad \cdots\cdots (5)$$

式中：

G_1——滴定耗用配制糖液中含蔗糖量，单位为克（g）；

m_1——100 mL配制糖液含样品质量，单位为克（g）；

V_1——滴定耗用配制糖液，单位为毫升（mL）；

S——样品蔗糖分，单位为克每一百克（g/100g）。

6.5.3 还原糖分含量

$$R = \frac{1000 \times f \times K}{m_1 \times V_1} \quad \cdots\cdots (6)$$

式中：

R——还原糖分，单位为克每一百克（g/100g）；

f——校正系数（由G查表2得校正系数f）；

K——费林氏溶液浓度校正系数；

m_1——100 mL配制糖液含样品质量，单位为克（g）；

V_1——滴定耗用配制糖液，单位为毫升（mL）。

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。

表 2 兰-艾农恒容法测定还原糖校正系数表

沸腾混合液中含蔗糖克数/g	校正系数 f	沸腾混合液中含蔗糖克数/g	校正系数 f
0	1.000	12.0	0.828
2.0	0.946	14.0	0.811
4.0	0.912	16.0	0.802
6.0	0.887	18.0	0.791
8.0	0.865	20.0	0.780
10.0	0.849	--	--

注：对介于两个相邻数值之间的含蔗糖量，可用插入法求出校正系数。

6.6 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 15%。

7 干燥失重

7.1 方法提要

采用常压干燥箱干燥技术，干燥后，在统一条件下冷却。

7.2 仪器、设备

7.2.1 干燥箱：控温最大允许误差±1 ℃，测定过程中，离称量瓶上面（25 ±5） mm 处的温度应保持在（125±1）℃。

7.2.2 干燥器。

7.2.3 扁型称量瓶：直径为 60 mm，深度为 30 mm。

7.2.4 计时器。

7.2.5 天平：感量 0.0001 g。

7.3 测定步骤

干燥箱应预热至125 ℃。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，尽快称量并称取样品9.5 g～10.5 g于称量瓶中。将盛有样品已开盖的称量瓶及其盖子一同放入预热至125 ℃的干燥箱中，干燥45 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，尽快称量。以上每次称量均须准确至±0.1 mg。

7.4 计算结果及表示

赤砂糖样品的干燥失重按式（7）计算，计算结果保留三位有效数字。

$$D=\frac{m_3-m_4}{m_3-m_2}\times 100 \quad \cdots\cdots (7)$$

式中：

D——干燥失重，单位为克每一百克（g/100g）；

m_3——称量瓶连同干燥前样品的质量，单位为克（g）；

m_4——称量瓶连同干燥后样品的质量，单位为克（g）；

m_2——称量瓶的质量，单位为克（g）。

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。

7.5 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 15%。

8 不溶水杂质的试验

8.1 方法提要

用过滤孔径80 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丝（或与滤板相配合的紧密绒布或毛布），将赤砂糖减压抽滤，再以较大量的蒸馏水进行减压过滤洗涤滤渣，然后干燥至恒重。

8.2 仪器、设备

8.2.1 坩埚式玻璃过滤器：孔径 80 μm（G2，30 mL）。

8.2.2 干燥箱：控温精度±1 ℃。

8.2.3 干燥器。

8.2.4 分析天平：感量 0.0001 g。

8.3 试剂

8.3.1 10 g/L α-萘酚乙醇溶液：称取 1.00 g α-萘酚，用酒精（95%）溶解至 100 mL。

8.3.2 浓硫酸。

8.4 测定步骤

称取样品250.00 g于1000 mL烧杯中。加入不超过40 ℃的蒸馏水，搅拌至完全溶解，倾入上述准备好的玻璃过滤器中进行减压过滤。充分洗涤滤渣，用10g/L α-萘酚乙醇溶液检查，至洗液中检测不到糖分为止。将过滤器连同滤渣置于125 ℃～130 ℃的烘箱中干燥后，取出置于干燥器中，冷却至室温，进行首次称量，以后每继续烘干约30 min，冷却称量一次，直至相继两次质量之差不超过0.001 g，可认为达到恒重，记录其质量。

8.5 计算及结果表示

每千克赤砂糖样品所含不溶于水杂质毫克数按式（8）计算，计算结果保留整数。

$$F = \frac{m_5 - m_6}{250.00} \times 10^6 \quad \cdots\cdots (8)$$

式中：

F——不溶水杂质，单位为毫克每千克（mg/kg）；

m_5——干燥过滤器、过滤介质连同不溶于水杂质质量，单位为克（g）；

m_6——干燥过滤器连同过滤介质质量，单位为克（g）。

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。

8.6 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15%。

工业和信息化部标准报批公示