

黑糖糖度的测定

余裕娟, 梁晓文, 曹维强

(广东惠州出入境检验检疫局, 广东 惠州 516001)

摘要: 本文采用自动糖旋光仪在 882 nm 波长处测定色泽深、杂质多的黑糖糖度, 解决了在常用波长 589 nm 处无法检测的难题, 该方法快速准确, 精密度高, 达到 99.9%, 结果满意。

关键词: 黑糖; 糖度; 882 nm

中图分类号: TS201.2; **文献标识码:** A; **文章编号:** 1673-9078(2008)02-0191-03

Determination of Sugar Degrees of the Black Sugar

YU Yu-juan, LIANG Xiao-wen, CAO Wei-qiang

(Huizhou Entry-Exit Inspection & Quarantine Bureau, Huizhou 516001, China)

Abstract: The sugar degrees of the black sugar containing impurity were determined by Polartronic NIR W2 at 882 nm. The method was fast and precise with great precision of 99.9%.

Key words: black sugar; sugar degree; 882 nm

黑(红)糖是广东惠州地区特有的出口产品, 风味独特, 营养丰富, 富含多种矿物质, 并具有多种保健功能, 远销日本。在出口产品品质检查中其糖分含量的重要指标旋光度的检测却一直困扰着检测人员。由于该糖是甘蔗榨汁以后经过简单澄清、过滤蒸发浓缩而成, 未经过晶种结晶程序, 所以所含胶体、矿物质等各种杂质较多, 糖颜色深, 从棕色到黑色, 按原糖检测标准 GB 15108-2006 方法用国产数字式自动旋光仪 WZZ-2SS 在波长 589.44 nm 处检测糖旋光度, 仪器反应极慢, 无法检测到结果。用德国 SCHMIDT+HAENSCH 公司的 NIR W2 型双波长自动糖旋光仪在波长 589 nm 处检测同样仪器反应极慢, 无法检测到糖旋光度。根据国际官方动植物卫生检疫规范和标准 SPS-1(2002)-旋光测定法和国际糖度中, 1998 年 ICUMSA (国际糖分析统一方法委员会) 在修订本中将糖度测定的波长范围扩大到 546~900 nm^[1], 按 NIR W2 旋光仪使用操作说明书, 在 882.60 nm 处检测黑糖糖旋光度, 仪器反应灵敏, 准确度和精确度高, 误差≤0.02 °Z。在不添加过量碱式乙酸铅的情况下, 也可以准确快速的检测出糖度结果, 方法准确可靠, 解决了检测人员的困惑, 同时也减少了铅污染。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

收稿日期: 2007-11-06

作者简介: 余裕娟, 女, 学士, 工程师, 主要从事食品检验工作

电子天平; 容量瓶; 玻璃无杆漏斗; 烧杯; 中速定量滤纸; 检糖计(德国 SCHMIDT+HAENSCH 公司的 NIR W2 型双波长自动糖旋光仪); 观测管。

1.2 试剂

碱式乙酸铅溶液: 称取碱式乙酸铅粉 340 g, 溶解于约 1000 mL 刚煮沸过的蒸馏水中, 并将锤度调整到 54.3 Bx。配好的溶液应防止与空气中的二氧化碳接触。

蒸馏水: 不含旋光物质。

2 测定步骤

2.1 检糖计的校准

检糖计的读数要用标准石英管校准。把 NIR W2 型双波长自动糖旋光仪波长调至 882.60 nm, 将标准石英管旋光管放入自动糖旋光仪中测定旋光度, 并测定当时温度, 如果这个温度与 20 °C 相差大于±0.2 °C, 则采用(1)式进行石英管旋光度的温度校正, 再用校正值校准检糖计的读数。

$$\alpha_{t_c} = \alpha_{20_c} [1.0 + 0.000139(t - 20)]^{[1]} \quad (1)$$

式中: α_{t_c} - t °C 时石英管的旋光值, 单位为国际糖度(°Z); α_{20_c} -20 °C 时石英管的旋光值, 单位为国际糖度(°Z); t -读取石英管旋光度时的温度, 单位为摄氏度(°C)。

2.2 糖度的测定

称取样品 26.000 g, 用蒸馏水溶解后移入 100 mL 容量瓶中, 加入蒸馏水使体积约 80 mL, 然后加入 (1.00 mL 碱式乙酸铅溶液, 缓慢摇动使溶液混匀,

继续摇动并加入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, 确保容量瓶颈部已洗净, 小心勿使溶液夹带气泡, 如有气泡时, 可用 1 至 2 滴乙醚消除。加蒸馏水定容, 充分摇匀。

溶液至少静置 5 min, 使沉淀下降, 然后用滤纸过滤。将最初 10 mL 滤液弃去, 收集以后的滤液约 60 mL。过滤时, 漏斗上需加盖表面皿。用滤液将观测管内壁充分冲洗, 并装满观测管, 注意不使观测管内夹带气泡。将观测管置于检糖计中, (测定前应有足够的时间使仪器达到稳定), 连续读数 2~3 次, 并立即测定观测管内溶液的温度, 并记录到 0.1 °C。

2.3 计算及结果表示

测定糖度应尽可能接近 20 °C, 一般应在 15 °C~20 °C 的范围。如果糖度不是在 (20±0.2) °C 时测定的, 则应校正到 20 °C。

糖度 P 按式 (2) 计算, 数值以%表示, 计算结果取三位有效位数字。

$$P_{882.6} = Pt[1 + 0.00019 \cdot (t - 20)] \quad (2)$$

表 1 碱式乙酸铅添加量对黑糖样品中糖度检测的影响 (检测波长 589 nm)

Table 1 Effects of the dosage of alkaline lead diacetate on sugar degrees of black sugar samples

样品号	N	1	2	3	4	5	6
	碱式乙酸铅体积/mL	1.00	1.50	1.80	2.00	2.20	2.40
糖样 1	旋光度/°Z	仪器反应慢, 无法读数	仪器反应慢, 无法读数	70.20	80.56	80.40	80.02
糖样 2	旋光度/°Z	仪器反应慢, 无法读数	仪器反应慢, 无法读数	50.38	75.60	78.24	77.90
糖样 3	旋光度/°Z	仪器反应慢, 无法读数	58.86	80.80	82.30	81.64	81.02

3.2 882 nm 检测黑糖的优点

根据国际官方动植物卫生检疫规范和标准 SPS-1(2002)——旋光测定法和国际糖度中, 1998 年 ICUMSA (国际糖分析统一方法委员会) 在修订本中将糖度测定的波长范围扩大到 546~900 nm, 物质旋光性与波长有固定的依赖关系, 在固定的波长和温度下, 糖溶液的旋光度与糖的含量几乎完全呈线性, 服从 Biot 定律^[1]。

表 2 589 nm 和 882 nm 下黑糖样品检测结果的比较 单位: °Z

Table 2 Comparison of black sugar sample on 589 nm and 882 nm

波长 /nm	nm						平均结果	RSD /%
	1	2	3	4	5	6		
589.44	仪器反应慢, 无法读数						/	/
882.60	80.28	80.40	80.38	80.36	80.40	80.32	80.36	0.06

NIR W2 型双波长自动糖旋光仪同时具有波长

换成波长为 589.44 nm 时的糖度值:

$$P_{589.44} = P_{882.6} / 1.00174 \quad (3)$$

式中: $P_{882.6}$ 、 $P_{589.44}$ —糖度, 单位为国际糖度 (%); P—糖样品的观测糖度, 单位为国际糖度 (°Z); t—测定 Pt 时糖液的温度, 单位为摄氏度 (°C)。

2.4 允许误差

两次测定值之差不应超过其平均值的 0.05%。

3 结果与讨论

3.1 589 nm 检测黑糖的存在问题

GB 15108-2006 中要求糖度 ≥ 97.5%, 适用于用品种结晶的原糖, 其色泽较浅、杂质较少, 用碱式乙酸铅作为沉淀剂和常用糖旋光仪 589 nm 波长已经足够; 本文所说的黑糖通常糖度在 80% 左右, 色泽深, 杂质多, 用 1 mL 碱式乙酸铅溶液作为沉淀剂远远达不到要求, 加大沉淀剂的量又不好把握, 不同质量的糖所加的沉淀剂量各不相同, 加过量可能会由于连带沉淀的原因而造成糖度下降, 并且造成铅污染, 具体数值见表 1。

589 nm 和 882 nm, 灵敏度达到 99.99%。将黑糖样品按上述实验方法制备, 在波长 589 nm 和 882 nm 处分别测定其旋光度。从表 2 知, 589 nm 处仪器反应迟钝, 无法测定, 882 nm 处仪器反应灵敏, 精确度高。

3.3 方法准确度及精密度的检验

标准糖溶液定义为: 在通常情况下 (1013 bar, 20 °C, 50% 相对湿度), 在空气中称取 26.000 g 纯蔗糖, 溶于水中并定容至 100 mL, 用 200.00 mm 旋光管, 石英光栅、标准纯蔗糖溶液在 589.44 nm 处其旋光度定义为 100 °Z; 在同样条件下, 在近红外光波长 882.60 nm 处, 其旋光度为 100.17 °Z, 校准到 589.44 nm 处时, 其旋光度校准系数为 1.00174^[2]。

常温下称取 26.000 g 标准纯蔗糖, 溶于水并定容 100 mL, 制成标准糖溶液, 分别在波长 589.44 nm、882.60 nm 处检测其旋光度。数据见表 3。

(下转第 198 页)