

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0852—2000

进出口蜂蜜检验方法

Method for the inspection of honey for import and export

2000-06-22 发布

2000-11-01 实施



中华人民共和国国家出入境检验检疫局 发布

目 次

前言	1
1 范围	1
2 取样	1
3 检验方法	1
附录 A(标准的附录) 羟甲基糠醛定性鉴定——费氏反应	14

前 言

本标准是按照 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定》编写的。本标准是对原专业标准 ZB 10—1983《出口蜂蜜检验方法》的修订。

本标准从实施之日起，同时代替 ZB 10—1983。

本标准由中华人民共和国国家出入境检验检疫局提出并归口。

本标准由中华人民共和国上海出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：赵国君、王宝根。

进出口蜂蜜检验方法

代替 ZB 10—1983

Method for the inspection of honey for import and export

1 范围

本标准规定了进出口蜂蜜的检验方法。

本标准适用于进出口蜂蜜的检验。

注：蜂蜜是指蜜蜂采集植物的花蜜或分泌物经自身含有的特殊物质进行充分酿造而成的甜物质。

2 取样

2.1 数量

以不超过 25 t 为一个取样单位。

100 件以下，抽取 10%，但不得少于 5 件。

101～500 件，增加部分抽取 5%；

501～1 000 件，增加部分抽取 4%；

1 000 件以上，增加部分抽取 2%；

每件抽取样品不少于 100 g。

在同一取样单位中，如果生产批次不同应按生产批号分别取样。

2.2 用具

2.2.1 取样管：不锈钢管，长约 115 cm，直径约 2.5 cm。

2.2.2 混样器：搪瓷桶（或杯）。

2.2.3 单套杆：不锈钢制。

2.2.4 样品瓶：500 mL 磨砂具塞广口玻璃瓶。

2.3 方法

按报验单所列的品名、包装、标志、件数、重量等查核批次相符后，按规定的取样件数，逐件开启，将取样管缓缓放入中部或三分之二的部位吸取样品，倾入混样器。将所取样品混合均匀，装入清洁干燥的样品瓶内，贴上标签。标签上应标明报验号、报验单位、商品名称、批号、报验数量、取样日期和取样人。如遇蜂蜜结晶时，则用单套杆或取样管插到底，抽取样品，混匀。

注：各检测机构可以因商品品质差异、包装及储存情况不同或参照合同规定，酌情变更取样单位、数量及方法。

3 检验方法

3.1 试样的制备

未结晶的样品将其用力搅拌均匀。有结晶析出的样品，可将样品瓶盖塞紧后，置于不超过 60℃ 的水浴中温热，待样品全部融化后，搅匀，迅速冷却至室温以备检验用。在融化时必须注意防止水分侵入。测定羟甲基糠醛或酶值的试样应直接混和称样。

3.2 色泽

蜂蜜具有应有的色泽。按色泽深浅分为水白色、特白色、白色、特浅琥珀色、琥珀色、深色等数种。用卜方特比色计比色,按表1进行分级。

表1 分级范围

色泽名称	卜方特比色计色值,mm	色泽名称	卜方特比色计色值,mm
水白色	8 以下	浅琥珀色	85 以下
特白色	16 以下	琥珀色	114 以下
白色	34 以下	深色	140 以下
特浅琥珀	50 以下		

测定方法:将不含气泡的试样倒入卜方特比色槽内,以卜方特比色计进行比色读取色值后按表1确定色泽。

3.3 气味和味道

蜂蜜应具有其正常的气味和味道。

检验方法:用清洁的玻璃棒搅拌试样,嗅其气味;再用玻璃棒挑起蜂蜜,尝其味道。

3.4 水分

3.4.1 仪器。

3.4.2 阿贝折光计。

3.4.3 超级恒温器。

3.4.4 试样的制备:见3.1。

3.4.5 操作程序

3.4.5.1 将阿贝折光计与超级恒温器连接好,并将超级恒温器的温度调至所需的温度。

3.4.5.2 折光计的校正:在测定样品折光指数前,先用新鲜的蒸馏水按表2校正折光计的折光指数。

表2 蒸馏水折光指数

温度,℃	折光指数	温度,℃	折光指数
14	1.333 5	25	1.3325
16	1.333 4	26	1.3324
18	1.333 2	28	1.3322
20	1.333 0	30	1.3319
22	1.332 8	38	1.3308
24	1.332 6	40	1.3305

调节通过折光计的水流温度恰为40℃。分开折光计两面棱镜,用脱脂棉蘸蒸馏水拭净(必要时可蘸二甲苯或乙醚拭净)。然后用干净的脱脂棉(或擦镜纸)拭干,待棱镜完全干燥后,用玻璃棒蘸取蒸馏水1~2滴,滴于下面的棱镜上,迅速闭合棱镜,对准光源,由目镜观察,旋转手轮,使标尺上的折光指数恰好为40℃时水的折光指数,观察望远镜内明暗分界线是否在接物镜十字线中间。若有偏差,则用附件方孔调节扳手转动示值调节螺丝,使明暗分界线调到中央。调整完毕后,在测定样品时,不允许再转动调节好的螺钉。

3.4.6 样品测定

在测定前先将棱镜清洗干净,以免留有其他物质影响测定精度。用玻璃棒蘸取混匀的试样1~2滴,滴于下面的棱镜上,迅速闭合棱镜,静置数秒钟,以待样品达到40℃。对准光源,由目镜观察,转动补偿器螺旋,使明暗分界线清晰;转动标尺指针螺旋,使其明暗分界线恰好通过接物镜上十字线的交点,读取标尺上的折光指数,同时核对温度,应恰为40℃。

3.4.7 结果计算

水分按式(1)计算:

$$X = 100 - [78 + 390.7(n - 1.4768)] \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: X ——试样中的水分含量, %;

n ——试样在 40℃时的折光指数。

平行试验的允许误差为 0.2%。

如在 20℃时测读折光指数,可按表 3 换算为水分的百分率。在室温时测读折光指数时,可按式(2)换算到 20℃时的折光指数。

$$\text{折光指数}(20^\circ\text{C}) = n + 0.00023(t - 20) \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: n ——在室温 t ℃时的折光指数;

t ——读取折光指数时的温度。

注: 如有争议,用在 40℃测定折光指数的方法检验。

表 3 蜂蜜水分换算

折光指数, 20℃	水分, %	折光指数, 20℃	水分, %	折光指数, 20℃	水分, %
1.504 4	13.0	1.493 5	17.2	1.483 0	21.4
1.503 8	13.2	1.493 0	17.4	1.482 5	21.6
1.503 3	13.4	1.492 5	17.6	1.482 0	21.8
1.502 8	13.6	1.492 0	17.8	1.481 5	22.0
1.502 3	13.8	1.491 5	18.0	1.481 0	22.2
1.501 8	14.0	1.491 0	18.2	1.480 5	22.4
1.501 2	14.2	1.490 5	18.4	1.480 0	22.6
1.500 7	14.4	1.490 0	18.6	1.479 5	22.8
1.500 2	14.6	1.489 5	18.8	1.479 0	23.0
1.499 7	14.8	1.489 0	19.0	1.478 5	23.2
1.499 2	15.0	1.488 5	19.2	1.478 0	23.4
1.498 7	15.2	1.488 0	19.4	1.477 5	23.6
1.498 2	15.4	1.487 5	19.6	1.477 0	23.8
1.497 6	15.6	1.487 0	19.8	1.476 5	24.0
1.497 1	15.8	1.486 5	20.0	1.476 0	24.2
1.496 6	16.0	1.486 0	20.2	1.475 5	24.4
1.496 1	16.2	1.485 5	20.4	1.475 0	24.6
1.495 6	16.4	1.485 0	20.6	1.474 5	24.8
1.495 1	16.6	1.484 5	20.8	1.474 0	25.0
1.494 6	16.8	1.484 0	21.0		
1.494 0	17.0	1.483 5	21.2		

3.5 酸度

酸度指中和每 100 g 试样所需 1 mol/L 氢氧化钠溶液的毫升数。

3.5.1 试样的制备: 见 3.1。

3.5.2 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

3.5.2.1 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液

溶解 4 g 氢氧化钠于 1 L 经煮沸而冷却的水中,用邻苯二甲酸氢钾(基准试剂)按下法标定其规定浓度:

称取预先在 125℃ 时干燥过的邻苯二甲酸氢钾(基准试剂 0.8 g~0.9 g(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 锥形瓶中,用 50 mL 经煮沸后冷却的水溶解,加入 2~3 滴 1% 酚酞指示剂,用氢氧化钠溶液滴定至溶液呈粉红色,以在 10 s 内不褪色为终点。

按式(3)计算氢氧化钠标准溶液的浓度:

$$c = \frac{m}{V \times 0.2042} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: c ——氢氧化钠标准溶液的浓度, mol/L;

m ——邻苯二甲酸氢钾的质量, g;

V ——滴定时所消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

0.2042——与每毫升氢氧化钠 [$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$] 标准溶液相当的邻苯二甲酸氢钾的质量, g。

3.5.2.2 酚酞指示剂 1% 乙醇溶液

3.5.3 操作程序

称取试样 10 g(精确至 0.001 g),溶于 75 mL 经煮沸后冷却的水中,加入 2~3 滴酚酞指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈粉红色,在 10 s 内不褪色为终点。

3.5.4 结果计算

按式(4)计算试样的酸度:

$$X = \frac{V \times c}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: X ——试样的酸度, %;

V ——滴定所耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钠标准溶液的摩尔浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g。

平行试验结果的允许误差为 0.1%。

注:如蜂蜜颜色过深,可称取试样 5 g,或者用百里酚蓝指示剂代替酚酞指示剂。

3.6 淀粉酶值

淀粉酶值指 1 g 蜂蜜所含淀粉酶在一定条件下可转化 1% 淀粉溶液的毫升数。

3.6.1 试样的制备:见 3.1。

3.6.2 分光光度法

3.6.2.1 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

3.6.2.1.1 碘贮备液:溶解 8.8 g 碘于含有 22 g 碘化钾的 (30~40) mL 水中,然后用水稀释至 1 000 mL。

3.6.2.1.2 0.000 35 mol/L 碘溶液:溶解 20 g 碘化钾于盛有 (30~40) mL 水的 500 mL 容量瓶中,加入 5 mL 碘贮备液,然后用水稀释至刻度,混匀。此溶液每隔一天重新配制。

3.6.2.1.3 乙酸缓冲液 (pH5.3):溶解 87 g 乙酸钠 ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) 于 400 mL 水中,并将 10.5 mL 冰醋酸溶解于少量水中。然后将两者混合并加水定容至 500 mL,用乙酸调节到 pH5.3。

3.6.2.1.4 0.5 mol/L 氯化钠:溶解 14.5 g 氯化钠于已煮沸过的水中,并定容至 500 mL。

3.6.2.1.5 可溶性淀粉:分析纯,使用前应测定其蓝值。

准确称取适量淀粉(相当于干态 1 g)于 250 mL 高型烧杯中,加 80~90 mL 蒸馏水,于石棉网上在不断搅拌下迅速加热至沸,然后用小火保持微沸 3 min,加盖并冷却至室温,转移到 100 mL 容量瓶中,

放入 40℃ 水浴中使溶液达到此温度,并在 40℃ 时用蒸馏水(40℃)定容。此淀粉溶液置于 40℃ 恒温水浴中供测定样品用。

3.6.2.2 仪器

a) 恒温水浴锅:(40±0.2)℃。

b) 分光光度计。

3.6.2.3 操作程序

3.6.2.3.1 样液的制备:称取 10 g 试样于 50 mL 烧杯中,加 5.0 mL 乙酸缓冲液和 20 mL 蒸馏水,搅拌混合,使样品完全溶解。然后移入事先加有 3.0 mL 氯化钠溶液的 50 mL 容量瓶中,并定容至刻度。

注:缓冲溶液一定要加在蜂蜜与氯化钠溶液混合之前。

3.6.2.3.2 淀粉溶液的标定:取上述配制的淀粉溶液 5 mL 于已经达到 40℃ 的 10 mL 蒸馏水中,充分混合。取此溶液 1.0 mL 加入盛有 10 mL 0.000 35 mol/L 碘溶液的大试管(内径 36 mm、长 200 mm)中,用 35 mL 蒸馏水稀释并充分混合,于分光光度计 660 nm 波长下,用 1 cm 比色皿,以蒸馏水为空白对照,读取吸光度。吸光度值应为 0.760±0.020。必要时添加蒸馏水,使吸光度达到 0.760±0.020,并记录加水的量(V mL)。

3.6.2.3.3 吸光度的测定:准确吸取 10 mL 样液于试管中,置于(40±0.2)℃ 水浴中,15 min 后加入 5.0 mL 淀粉溶液(40℃),并开始记时,每隔 5 min,吸取此溶液 1 mL,加入事先盛有 10 mL 碘溶液(0.000 35 mol/L)碘溶液和蒸馏水(V mL)的大试管中,混匀,立即于分光光度计 660 nm 波长下,以蒸馏水为空白对照,用 1 cm 比色皿测定吸光度并记录其读数。继续每隔 5 min 取 1 mL 按上述操作步骤测定其吸光度,直至吸光度低于 0.235 以下。

3.6.2.4 结果计算

将吸光度和对应的时间(min)在坐标纸上标出。连接各点,至少要最后三点连成直线,求得反应液的吸光度达到 0.235 时所需的时间(min),以此时间(min)除 300 所得的值即为被测样品的淀粉酶值。

3.6.3 试管法

3.6.3.1 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

3.6.3.1.1 0.05 mol/L 氢氧化钠溶液:2 g 氢氧化钠溶解于 1 L 经煮沸而冷却的蒸馏水中。

3.6.3.1.2 0.1 mol/L 氯化钠溶液:0.59 g 氯化钠溶解于 100 mL 蒸馏水中。

3.6.3.1.3 0.02 mol/L 乙酸溶液:取 1 mL 冰乙酸,加入 800 mL 蒸馏水中。

3.6.3.1.4 1%淀粉溶液:准确称取 1.0 g(以干态计)可溶性淀粉于烧杯中,加少量蒸馏水使成薄浆,加入 60 mL 沸蒸馏水,在搅拌下煮沸(1~2) min,使淀粉溶液透明。稍冷,用蒸馏水将淀粉溶液移入 100 mL 容量瓶中,冷却后用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。

注:上述淀粉溶液应临用时配制,其 pH 值约为 4.8~5.5,取 0.2 mL 淀粉溶液,用蒸馏水稀释至 30 mL,加 0.05 mol/L 碘溶液试验时,应呈纯蓝色。

3.6.3.1.5 0.05 mol/L 碘溶液:13 g 的再升华碘和 18 g 碘化钾溶于 100 mL 水中,稀释至 1 000 mL,混匀,保存于棕色具塞瓶中。

3.6.3.1.6 酚酞指示剂:1%乙醇溶液。

3.6.3.2 测定步骤

称取试样 10 g(精确至 0.01 g),溶解于(50~70) mL 蒸馏水中,加酚酞指示剂 1 滴,用 0.05 mol/L 氢氧化钠溶液中和。将此溶液移入 100 mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,混匀。

取大小相同的试管 12 个,做好序号标记,按表 4 分别按顺序加入蜂蜜试样溶液、蒸馏水、0.02 mol/L 乙酸溶液、0.1 mol/L 氯化钠溶液和 1%淀粉溶液(每加入一种试剂应混匀后再加一种试剂),混匀,立即将所有试管同时浸入 40℃±2℃ 水浴中,使试管液面浸入水浴下面约 2.5 cm 并在此温度下放置 1 h。取出后立即在冰浴中冷却。随即在每一个试管中加入 1 滴 0.05 mol/L 碘溶液,摇匀后立

即观察(必要时可多加1滴碘溶液后观察)。此时各试管的颜色顺序为由黄色经红色、紫红色、紫色至蓝色。根据紫红色试管号数由表4查得被测样品的淀粉酶值。

注

- 1 本试验所用蒸馏水均需预经煮沸、冷却。
- 2 如有争议时,以分光光度法为仲裁法。

表4 蜂蜜淀粉酶值

试管序号	蜂蜜试样 溶液 mL	蒸馏水 mL	0.02 mol/L 乙酸溶液 mL	0.1 mol/L 氯化钠溶液 mL	1% 淀粉溶液 mL	总容积 mL	淀粉 酶值
1	10	4.0	0.5	0.5	1.0	16	1.0
2	10	2.5	0.5	0.5	2.5	16	2.5
3	10	0.0	0.5	0.5	5.0	16	5.0
4	7.7	2.3	0.5	0.5	5.0	16	6.5
5	6.0	4.0	0.5	0.5	5.0	16	8.3
6	4.6	5.4	0.5	0.5	5.0	16	10.9
7	3.6	6.4	0.5	0.5	5.0	16	13.9
8	2.8	7.2	0.5	0.5	5.0	16	17.9
9	2.1	7.9	0.5	0.5	5.0	16	23.8
10	1.7	8.3	0.5	0.5	5.0	16	29.4
11	1.3	8.7	0.5	0.5	5.0	16	38.5
12	1.0	9.0	0.5	0.5	5.0	16	50.0

3.7 羟甲基糠醛

3.7.1 试样的制备:见3.1。

3.7.2 比色法

3.7.2.1 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

3.7.2.1.1 巴比妥酸溶液:称取500 mg巴比妥酸于烧杯中,加70 mL蒸馏水,置于热水浴上加热搅拌使其溶解,冷却后移入100 mL容量瓶中,用蒸馏水定容到刻度。

3.7.2.1.2 对甲苯胺溶液:称取10.0 g对甲苯胺,溶解于约50 mL的异丙醇中,温热溶解后用异丙醇转移至100 mL容量瓶中,加入10 mL冰乙酸,冷却,再用异丙醇定容至刻度。溶液配制后贮存于暗处24 h后方能使用。

3.7.2.1.3 无氧蒸馏水:经煮沸、冷却的蒸馏水。

3.7.2.2 仪器

a) 分光光度计(550 nm)。

b) 水浴锅。

3.7.2.3 操作程序

称取10 g样品,溶于20 mL无氧蒸馏水中,并用无氧蒸馏水将样品溶液移入50 mL容量瓶中,定容至刻度,混匀。此样液为待测液,应立即进行下列测定。

分别吸取2.0 mL样液于2个试管中,并在每个试管中加入5.0 mL对甲苯胺溶液,然后在一个试管中加入1 mL无氧蒸馏水(作空白对照),另一个试管中加入1.0 mL巴比妥酸溶液,两试管立即振摇混合,于分光光度计550 nm波长下用1 cm比色皿以空白为对照测定样品的吸光度,读取达到的最大吸光度。

3.7.2.4 结果计算

羟甲基糠醛(HMF)按式(5)计算:

$$X = A \times 19.2 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中: X ——每 100 g 样品中羟甲基糠醛的毫克数, mg/100 g;

A ——吸光度。

3.7.3 紫外分光光度法

3.7.3.1 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

3.7.3.1.1 澄清剂 I: 溶解 15 g 亚铁氰化钾 $[K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O]$ 于水中, 稀释至 100 mL。

3.7.3.1.2 澄清剂 II: 溶解 30 g 乙酸锌 $[Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O]$ 于水中, 稀释至 100 mL。

3.7.3.1.3 0.20% 亚硫酸氢钠溶液: 溶解 0.20 g 亚硫酸氢钠于水中并稀释至 100 mL。临用时配制。

3.7.3.2 仪器: 紫外分光光度计(284 nm, 336 nm)。

3.7.3.3 样液的制备

称取样品 5 g(准确至 0.001 g), 用约 25 mL 水溶解并移入 50 mL 容量瓶中, 加入 0.5 mL 澄清剂 I, 混合, 再加入 0.5 mL 澄清剂 II, 混合, 用水稀释至刻度(必要时可加入 1 滴乙醇以消除表面的泡沫)。混匀, 过滤, 弃去最初的 10 mL 滤液。

3.7.3.4 操作程序

吸取滤液各 5 mL 于 2 个试管(直径 18 mm, 长 150 mm)中, 在一个试管中加入 5 mL 亚硫酸氢钠溶液(0.20%), 混匀作为参比液。另一个试管中加入 5 mL 蒸馏水, 混匀, 作为待测液。然后用参比液为对照, 于紫外分光光度计波长 284 nm 和 336 nm 处, 测定待测液的吸光度(如果吸光度大于 0.6, 则用蒸馏水稀释待测液, 用 0.20% 亚硫酸氢钠溶液同样稀释参比液, 计算时将吸光度乘以稀释倍数)。

3.7.3.5 结果计算

羟甲基糠醛按式(6)计算:

$$X = \frac{(A_{284} - A_{336}) \times 14.97 \times 5}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中: X ——试样中羟甲基糠醛含量, mg/100 g;

14.97——换算系数;

A_{284} ——于 284 nm 波长下测得的吸光度;

A_{336} ——于 336 nm 波长下测得的吸光度;

m ——样品质量, g。

注: 如有争议时, 以紫外分光光度法为仲裁法。定性鉴定见附录 A(标准的附录)。

3.8 还原糖含量

3.8.1 试样的制备: 见 3.1。

3.8.2 铁氰化钾法

3.8.2.1 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

3.8.2.1.1 1% 铁氰化钾溶液: 溶解 10 g 铁氰化钾于水, 转移到 1 000 mL 容量瓶中, 并用水定容至刻度。按下法标定其滴定度。称取在减压(不超过 50 mmHg)下不超过 70℃干燥的纯蔗糖 1 g(精确至 0.000 2 g), 用水溶解, 移入 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。吸取此溶液 25 mL, 于 100 mL 容量瓶中, 加入 25 mL 水和 5 mL 浓盐酸(比重 1.19)。将容量瓶置于 70℃水浴中, 使瓶中溶液在(2~2.5) min 内加热至(67~69)℃, 并在 69℃保持(7.5~8) min, 使全部加热时间为 10 min。取出, 置流水下冷却至 20℃。加入约 7 mL 氢氧化钠溶液(30%), 然后用稀氢氧化钠(约 5%)中和至恰呈微碱性, 用蒸馏水稀释至刻度, 混匀。再按 3.8.3.2 进行标定, 按式(7)计算出每 10 mL 1% 铁氰化钾溶液相当于转化糖的质量(g), 即滴定度(T)。

$$T = \frac{m \times V}{1\,000 \times 0.95} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中: T ——滴定度(每 10 mL 1% 铁氰化钾溶液相当于转化糖的质量), g;

m ——纯蔗糖的质量, g;

V ——滴定所耗糖液的体积, mL;

0.95——蔗糖换算为转化糖的系数。

3.8.2.1.2 1% 次甲基蓝指示剂: 溶解 1 g 次甲基蓝于 100 mL 水中。

3.8.2.1.3 氢氧化钠水溶液: 10%。

3.8.2.2 操作程序

3.8.2.2.1 样液的制备

称取 5 g 样品(精确至 0.000 2 g)于小烧杯中, 用适量水溶解并移入 1 L 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。用干燥滤纸过滤于干燥的烧杯中。用移液管吸取此液 25 mL 于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此样液为转化前还原糖待测液。

3.8.2.2.2 预滴定

用移液管吸取 10 mL 铁氰化钾溶液(1%) 和 2.5 mL 氢氧化钠溶液(10%) 置于 100 mL 锥形瓶中, 用水稀释 1 倍(此时可在瓶中加入几粒玻璃珠), 置于石棉网上煮沸, 加 1 滴次甲基蓝指示剂。用小火保持瓶中溶液沸腾, 将盛有样液的滴定管移至锥形瓶上, 用样液滴定至蓝色消失为止。记下所耗样液的毫升数。

3.8.2.2.3 滴定

用移液管吸取 10 mL 铁氰化钾溶液(1%) 和 2.5 mL 氢氧化钠溶液(10%) 置于 100 mL 锥形瓶中, 用水稀释一倍(此时可在瓶中加入几粒玻璃珠), 从滴定管中放入较上述预滴定时所耗量少(0.2~0.3) mL 的样液, 然后置石棉网上将瓶中溶液迅速煮沸并令其继续沸腾 1 min。加 1 滴次甲基蓝指示剂, 立即用样液趁沸滴定至蓝色消失为止。记下所耗样液的毫升数(V)。

3.8.2.3 结果计算

还原糖含量按式(8)计算:

$$X = \frac{T \times 4\,000}{V \times m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中: X ——试样中还原糖含量(以转化糖计), %;

T ——滴定度, 每 10 mL 1% 铁氰化钾溶液相当于转化糖的质量, g;

V ——滴定 10 mL 1% 铁氰化钾溶液所耗样液的体积, mL;

m ——试样质量, g。

平行试验结果的允许误差为 0.5%。

3.8.3 斐林氏容量法

3.8.3.1 试剂和材料

除另有规定外, 所用试剂均为分析纯, 水为蒸馏水。

3.8.3.1.1 斐林溶液 A: 称取 69.28 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 用水溶解并稀释至 1 000 mL。放置一天后备用。

3.8.3.1.2 斐林溶液 B: 称取 346 g 酒石酸钾钠($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 和 100 g 氢氧化钠, 用水溶解并稀释至 1 000 mL。

3.8.3.1.3 转化糖标准溶液: 准确称取 9.500 0 g 蔗糖[经减压下(不超过 50 mmHg) 不超过 70℃ 干燥的纯蔗糖], 用水溶解后, 加 5 mL 浓盐酸, 用水移入 1 000 mL 容量瓶中, 此时总体积约 100 mL。将此酸性溶液在室温下放置数日(12℃~15℃ 放置 7 天; 20℃~25℃ 放置 3 天) 后, 用水稀释并定容至 1 000 mL, 混匀。此 1% 转化糖溶液为标准贮备液, 可保存使用几个月。

使用时移取转化糖标准贮备液 25 mL, 移入 100 mL 容量瓶中, 用 1 mol/L 氢氧化钠溶液小心进行中和, 然后用水稀释并定容到 100 mL, 混匀。此液为 0.25% 转化糖标准使用液。

3.8.3.1.4 1%次甲基蓝指示剂:称取1g次甲基蓝,溶解于100 mL水中。

3.8.3.2 操作程序

3.8.3.2.1 斐林溶液的标定

准确吸取斐林溶液A、B各5 mL于150 mL锥形瓶中,将溶液A、B混合后,自滴定管加入转化糖标准使用液19 mL,在石棉网上加热,煮沸则开始计时,煮沸2 min时,加入3滴次甲基蓝指示剂,然后在保持微沸的情况下,继续滴加转化糖标准使用液直至次甲基蓝的蓝色消失为止,记下所耗的转化糖标准使用液的毫升数(加入指示剂后的滴定要在1 min内完成)。

当转化糖标准使用液滴定量以20.36 mL能完全还原斐林溶液中的铜时,表示斐林溶液具有规定的含铜量。滴定量在 $20.36 \pm X$ mL时,要使达到规定的含铜量,应校正斐林溶液A的浓度。当X mL极小时,可以用转化糖标准使用液的滴定毫升数,按式(9)计算斐林溶液的浓度(f):

$$f = \frac{V}{20.36} \dots\dots\dots (9)$$

式中: f ——斐林溶液的浓度;

V ——滴定所耗转化糖标准使用液的体积,mL。

3.8.3.2.2 样液的制备

称取样品3g(精确至0.0002g)于50 mL烧杯中,用水溶解,移入250 mL容量瓶中并定容。吸取此溶液50 mL于200 mL容量瓶中用水定容至刻度。此稀释液作为转化前还原糖的待测液。

3.8.3.2.3 预滴定

准确吸取斐林溶液A、B各5 mL于150 mL锥形瓶中混合,自滴定管加入还原糖待测液15 mL,在石棉网上加热,待溶液煮沸时开始计时,煮沸2 min时加入3滴次甲基蓝指示剂(若此时蓝色消失,说明还原糖过量,需将还原糖待测液再次稀释),然后在保持微沸情况下继续滴加还原糖待测液,直至次甲基蓝的蓝色消失为止,记下所耗还原糖待测液的体积(mL)(加入指示剂后的滴定要在1 min内完成)。

3.8.3.2.4 滴定

与上述预滴定一样,准确吸取斐林溶液A、B各5 mL于150 mL锥形瓶中,混合。从滴定管中加入比预滴定所耗的量少0.5~1 mL的还原糖待测液,在石棉网上加热,待溶液煮沸时开始计时,煮沸至2 min时,加入3滴次甲基蓝指示剂,然后在保持微沸情况下继续滴加还原糖待测液,直至次甲基蓝的蓝色消失为止,记下所耗还原糖待测液的体积(mL)(加入指示剂后滴定要在1 min内完成)。

3.8.3.2.5 结果计算

还原糖含量按式(10)计算:

$$X = \frac{a \times f}{V \times m} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

式中: X ——试样中还原糖含量(以转化糖计),%;

a ——按莱茵-埃农糖类定量表(见表5)查得所耗还原糖待测液体积相对应的转化糖系数;

f ——斐林溶液的浓度;

V ——滴定时所耗还原糖待测液的体积,mL;

m ——样品质量,g。

平行试验结果的允许误差为0.5%。

注:如有争议时以铁氰化钾法为仲裁法。

表5 莱茵-埃农糖类定量表

所耗还原糖待测液 mL	相对应的 转化糖系数	所耗还原糖待测液 mL	相对应的 转化糖系数
15	50.5	33	51.7
16	50.6	34	51.7
17	50.7	35	51.8
18	50.8	36	51.8
19	50.8	37	51.9
20	50.9	38	51.9
21	51.0	39	52.0
22	51.0	40	52.0
23	51.1	41	52.1
24	51.2	42	52.1
25	51.2	43	52.2
26	51.3	44	52.2
27	51.4	45	52.3
28	51.4	46	52.3
29	51.5	47	52.4
30	51.5	48	52.4
31	51.6	49	52.5
32	51.6	50	52.5

3.9 蔗糖含量

3.9.1 试样的制备:见 3.1。

3.9.2 铁氰化钾法

3.9.2.1 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

a) 盐酸:密度 1.19 kg/L(比重 1.19)。

b) 氢氧化钠溶液:30%。

c) 氢氧化钠溶液:10%。

d) 铁氰化钾溶液:1%,同 3.8.2.1.1。

e) 次甲基蓝溶液:1%,同 3.8.2.1.2。

3.9.2.2 操作程序

3.9.2.2.1 样液的制备

在铁氰化钾法测定转化前还原糖含量所制备的剩余样液中,用移液管吸取 25 mL 于 100 mL 容量瓶中,加 25 mL 水和 5 mL 盐酸。将容量瓶置于 70℃ 水浴中,在 (2~2.5) min 内加热至 (67~69)℃,并在 69℃ 保持 (7.5~8) min,使全部加热时间为 10 min。取出置流水下迅速冷却至 20℃,加入 30% 氢氧化钠溶液 7 mL,然后用稀氢氧化钠溶液(约 5%)中和至恰呈微碱性,用水稀释至刻度,混匀。此液为转化后还原糖的待测液。

3.9.2.2.2 预滴定:同 3.8.2.2.2。

3.9.2.2.3 滴定:同 3.8.2.2.3。

3.9.2.3 结果计算和表示

转化后还原糖含量按式(11)计算:

$$X = \frac{T \times 4\,000}{V \times m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中: X——试样中转化后还原糖含量, %

T ——滴定度(即每 10 mL 1% 铁氰化钾溶液相当于转化糖的质量), g;
 V ——滴定 10 mL 1% 铁氰化钾溶液所耗转化后还原糖待测液的体积, mL;
 m ——试样的质量, g。

平行试验结果的允许误差为 0.5%。

蔗糖含量按式(12)计算:

$$X = (A - B) \times 0.95 \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中: X ——蔗糖含量, %;

A ——转化后还原糖的含量, %;

B ——转化前还原糖的含量, %。

3.9.3 斐林氏容量法

3.9.3.1 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

- a) 盐酸水溶液(1+1)。
- b) 氢氧化钠溶液: 5 mol/L。
- c) 氢氧化钠溶液: 1 mol/L。
- d) 斐林溶液 A: 同 3.8.3.1.1。
- e) 斐林溶液 B: 同 3.8.3.1.2。
- f) 次甲基蓝指示剂: 1% 同 3.8.3.1.4。

3.9.3.2 操作程序

3.9.3.2.1 样液的制备

在斐林氏容量法测定转化前还原糖含量所制备的剩余样液中,用移液管吸取 50 mL 于 200 mL 容量瓶中,加水 20 mL 和 10 mL 盐酸溶液(1+1)。将容量瓶置于 70℃ 水浴中,在(2~2.5) min 内加热至(67~69)℃,并在 69℃ 保持(7.5~8) min,使全部加热时间为 10 min,取出,置流水下迅速冷却至 20℃,然后先用 30% 氢氧化钠溶液,再用稀氢氧化钠溶液(约 5%)中和至恰呈微碱性,然后用蒸馏水稀释至刻度,混匀。此液作为转化后还原糖的待测液。

3.9.3.2.2 预滴定: 按 3.8.3.2.2 同样操作。

3.9.3.2.3 滴定: 按 3.8.3.2.3 同样操作。

3.9.3.3 结果计算和表示

转化后还原糖含量按式(13)计算:

$$X = \frac{a \times f}{V \times m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中: X ——试样中转化后还原糖含量, %;

a ——按莱茵-埃农糖类定量表(见表 5)查得所耗还原糖待测液体积相对应的转化糖系数;

f ——斐林溶液的浓度;

V ——滴定所耗还原糖待测液的体积, mL;

m ——样品的质量, g。

平行试验结果的允许误差为 0.5%。

蔗糖含量按式(14)计算:

$$X = (A - B) \times 0.95 \quad \dots\dots\dots (14)$$

式中: X ——蔗糖含量, %;

A ——转化后还原糖含量, %;

B ——转化前还原糖含量, %。

注: 如有争议时,以铁氰化钾法为仲裁法。

3.10 葡萄糖和果糖含量

3.10.1 葡萄糖含量

3.10.1.1 试样的制备:见 3.1。

3.10.1.2 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

3.10.1.2.1 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液:称取氢氧化钠 4 g 用水溶解并定容至 1 000 mL。

3.10.1.2.2 0.025 mol/L 碘标准溶液:称取 6.5 g 碘和 9.0 g 碘化钾于研钵内,加水 30 mL 研磨至完全溶解,略加稀释后用塞有玻璃丝的漏斗过滤于棕色玻璃瓶中,用经煮沸并冷却的水稀释至 1 L,混匀。

3.10.1.2.3 0.05 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液:称取 13 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)和 1 g 无水碳酸钠溶解于经过煮沸并冷却的水中稀释至 1 000 mL,混匀。将溶液保存于具塞的棕色瓶中,放置数日后过滤备用。

标定方法:称取(0.12~0.15) g 于 120℃烘至恒重的基准重铬酸钾(精确至 0.000 2 g),置于碘价瓶中,加 25 mL 水溶解,加 2 g 碘化钾及 20 mL 2 mol/L 硫酸,混匀。于暗处放置 10 min。加 150 mL 蒸馏水,用 0.05 mol/L 硫代硫酸钠滴定,近终点时加 1 mL 1% 淀粉指示液,继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时做空白试验。按式(15)计算硫代硫酸钠标准溶液的浓度(mol/L)。

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.049\ 03} \dots\dots\dots (15)$$

式中: c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度, mol/L;

m ——重铬酸钾的质量, g;

V_1 ——滴定所耗硫代硫酸钠溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验所耗硫代硫酸钠的体积, mL;

0.049 03——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液[($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)=1.000 mol/L]相当的重铬酸钾的质量, g。

3.10.1.2.4 (1 mol/L)硫酸溶液:量取 59 mL 浓硫酸,缓缓注入到适量水中,并稀释至 1 000 mL。

3.10.1.3 样液的制备

称取样品 5 g(精确至 0.000 2 g)于 50 mL 小烧杯中,用蒸馏水溶解并移入 500 mL 容量瓶中,再用蒸馏水稀释定容至刻度,混匀。此液作为待测样液。

3.10.1.4 操作程序

用移液管吸取待测样液 20 mL 于 250 mL 碘价瓶中,准确加入 40 mL 0.025 mol/L 碘标准溶液,再加入 25 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液,立即用瓶盖塞住瓶口,置 20℃ 水浴保温 10 min(尽可能置于暗处)。取出,加入 5 mL 1 mol/L 硫酸溶液,使其酸化,立即用 0.05 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定,近终点时加 1 mL 1% 淀粉溶液指示剂,滴定至溶液蓝色消失为终点。用 20 mL 蒸馏水代替 20 mL 样液,按上述操作进行空白试验。

3.10.1.5 结果计算

葡萄糖含量按式(16)计算:

$$X = \frac{(V_0 - V) \times c \times 0.09}{m \times \frac{20}{500}} \times 100 - 0.50 \dots\dots\dots (16)$$

式中: X ——试样中葡萄糖含量, %;

V_0 ——滴定空白时所耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

V ——滴定样液时所耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度, mol/L;

0.09——1 mL 碘标准溶液 0.5 mol/L 相当于葡萄糖的质量, g;

0.50——果糖还原碘溶液的经验数, %;

m ——试样的质量, g。

3.10.2 果糖含量

根据 3.8 和 3.10 测得的还原糖和葡萄糖的含量,按式(17)计算果糖含量。

$$X = A - B \quad \dots\dots\dots (17)$$

式中: X ——试样中果糖含量, %;

A ——试样中还原糖含量, %;

B ——试样中葡萄糖含量, %。

附录 A

(标准的附录)

羟甲基糠醛定性鉴定——费氏反应

A1 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

A1.1 1%间苯二酚盐酸溶液:溶解 0.1 g 间苯二酚于 10 mL 浓盐酸[密度 1.19 kg/L(比重 1.19)]中,溶液应为无色。临用时新鲜配制。

A1.2 乙醚:应不含过氧化物、水分和醇等,滴入间苯二酚溶液应为无色,挥发后应无残留物。必要时用氯化钙干燥、蒸馏,加入金属钠后备用。

A2 操作程序

A2.1 研磨法:取 5.0 g 试样,置于底部外径约 7 cm 的研钵中,加入 3 mL 乙醚,用钵锤研磨至乙醚完全挥发(约 15 min),然后每次加入 3 mL 乙醚,每次研磨 1 min(约 60 次),使剩余乙醚约 1 mL,倾入直径约 7 cm 的内表面光洁的瓷蒸发皿中,如此共研磨 3 次。将所有收集在蒸发皿中的乙醚萃取液在室温下任其挥发,如有水滴残留,可加微热(不超过 40℃)后,再使挥发冷却。滴加 3~4 滴 1%间苯二酚盐酸溶液,立即旋荡,使残留物全部湿润,静置 1 h 后观察,如有樱桃红色,即为正反应。

A2.2 试管法:取 20.0 g 试样置于小烧杯中,加入 20 mL 蒸馏水,搅拌使溶解。取出 10 mL 置于试管(或小型离心管)中,加入 5 mL 乙醚,在 1 min 内倒转混和约 25 次,静置分层(如呈乳浊状,可放进离心机离心约 5 min,使分层)。待上层乙醚澄清后,小心将乙醚倾入另一试管中,应得约 2 mL 乙醚萃取液,滴加 3~4 滴 1%间苯二酚盐酸溶液,振荡并观察颜色,在 1 min 内出现樱桃红色即为正反应。

注:如有争议,以研磨法为仲裁法。

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进 出 口 蜂 蜜 检 验 方 法
SN/T 0852—2000

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1¼ 字数 27 千字
2000年9月第一版 2000年9月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·2-13239 定价 12.00 元



SN/T 0852-2000