

ICS 67.180

X 30

团体标准

T/ZTX xxxxx-2021

制糖工艺用石灰

Lime for the Sugar Process

(征求意见稿)

2021-xx-xx 发布

2021-xx-xx 实施

中国糖业协会 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本标准由中国糖业协会团体标准技术委员提出与归口。

本标准起草单位：

本标准主要起草人：

征求意见稿

制糖工艺用石灰

1 范围

本标准规定了制糖工艺用石灰的质量技术要求及试验方法。
本标准适用于甘蔗、甜菜制糖以及精炼糖工艺用石灰。

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 30614 食品安全国家标准 食品添加剂 氧化钙
GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定
GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定
GB/T 5009.18 食品中氟的测定
GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的配制
GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
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 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语及定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 石灰 lime

由石灰石经煅烧分解而成，主要成分为氧化钙，含有少量其它杂质。

3.2 有效氧化钙 available CaO

石灰中游离状态的氧化钙，不包括碳酸钙、硅酸钙及其它钙。

4 技术要求

4.1 感官要求：应符合表 1 的要求。

表1 感官要求

项目	要求	检验方法
色泽	白色或灰色	取适量样品置于自然光下观察其色泽与状态。
状态	块状及粉状	

4.2 理化指标：应符合表 2 的要求。

表 2 制糖工艺用石灰理化指标

项目		指标	
		优级	普通
有效氧化钙	w%	≥ 85	≥ 75
镁和碱金属	w%	≤ 3.6	
无机砷（以As计）	mg/kg	≤ 3.0	
氟（F）	mg/kg	≤ 150	
铅（Pb）	mg/kg	≤ 2.0	

5 检验方法

按附录A 检验方法。

附录 A

检验方法

A.1 警示

本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应采取适当的安全和防护措施。

A.2 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。本标准试验中所需标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他要求时均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.3 样品制备

从石灰堆中选取具有代表性的样品3公斤。将其打碎成均匀的小块,堆成正圆锥形,交叉划成4等份,取对角两份,其余两份弃去。将所取两份打得更碎些以同样的方法分成四份,再以同样的方法弃去两份。如此反复处理,至剩余约150克,用研磨锤与研磨钵研磨(不得过筛,以免在过筛过程中吸收空气中的CO₂)成颗粒小于0.15mm的粉末作为备检样品。并将该备检样品迅速装入带盖的瓶中,旋紧瓶盖,以免吸收空气中的二氧化碳,影响有效氧化钙的检测结果。

A.4 鉴别试验

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 冰乙酸。

A.4.1.2 草酸铵溶液: 35 g/L。

A.4.1.3 氨水溶液: 2+3。

A.4.1.4 盐酸溶液: 1+4。

A.4.1.5 甲基红指示液。

A.4.2 鉴别方法

称取1g试样(A.3),加入20 mL水,加入冰乙酸至试样完全溶解,再加入2滴甲基红指示液,用氨水溶液调至黄色,再逐滴加入盐酸溶液使溶液呈酸性后加入草酸铵溶液,即产生

白色沉淀。此沉淀溶于盐酸，而不溶于冰乙酸。用铂丝蘸取用盐酸浸湿的钙盐溶液，透过无光火焰燃烧后呈现砖红色。

A.5 有效氧化钙的测定

A.5.1 方法提要

有效氧化钙与蔗糖作用生成溶解度较大的蔗糖钙，过滤后以硫酸滴定滤液，进而求得有效氧化钙。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 酚酞指示剂（1%浓度）。

A.5.2.2 硫酸（浓度为 $\frac{1}{5.6}$ mol/L）。

A.5.2.3 白砂糖

A.5.3 分析步骤

将备检样品（A.3）拌匀，在一已知重量的烧杯中迅速准确称取4.000~5.000克样品（G），加入新煮沸过的蒸馏水75~90毫升，轻轻摇匀，徐徐煮沸3分钟，冷却至室温；另以烧杯用新煮沸过的蒸馏水溶解白砂糖40~50克。将两者移入250毫升容量瓶中，摇匀，并连续摇动约30分钟，使石灰保持悬浮状态。然后加新鲜蒸馏水至标线（应使溶液温度接近室温）。摇匀过滤，弃去最初滤液，然后用移液管吸取滤液25毫升于锥形瓶中，加入1~2滴酚酞指示剂，以浓度为 $\frac{1}{5.6}$ mol/L硫酸（A.5.2.2）滴定至红色恰好消失为止。记录耗用的硫酸毫升数（v）。

A.5.4 结果计算

石灰中有效氧化钙含量的质量分数 w_1 按公式（A1）计算：

$$w_1 = \frac{v \times 0.01}{G \times \frac{25}{250}} \times 100\% = \frac{10v}{G} \% \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中：

v----耗用 $\frac{1}{5.6}$ mol/L 硫酸毫升数

G----样品重量（克）

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于0.2%。

A.6 镁和碱金属的测定

A.6.1 试剂和材料

- A. 6. 1. 1 硫酸。
- A. 6. 1. 2 盐酸溶液：1+4。
- A. 6. 1. 3 氨水溶液：1+1。
- A. 6. 1. 4 草酸溶液：63 g/L。
- A. 6. 1. 5 甲基红指示液。

A. 6. 2 仪器和设备

铂坩埚：100 mL。

A. 6. 3 分析步骤

称取约 0.5g 备检样品 (A. 3)，精确至 0.0002g。置于 250mL 的烧杯中，缓慢加入 15mL 盐酸溶液 (A. 6. 1. 2) 至试样溶解，加热煮沸 1 min，迅速加入 40mL 草酸溶液 (A. 6. 1. 4) 并搅拌，加入 2 滴甲基红指示液 (A. 6. 1. 5) 后用氨水溶液 (A. 6. 1. 3) 调节 pH 至中性，于恒温水浴中加热 1h，冷却后转移至 100mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。用慢速滤纸干过滤，弃去初滤液 20mL，用移液管移取 50mL 滤液，置于已于 800℃±25℃ 干燥至质量恒定的铂坩埚中，加入 0.5 mL 硫酸，于电炉上蒸发至干，再于 800℃±25℃ 下灼烧至质量恒定。

A. 6. 4 结果计算

镁和碱金属含量的质量分数 w_2 按公式 (A2) 计算：

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m \times 50} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A2)$$

式中：

- m_1 ——铂坩埚和残渣的质量，单位为克 (g)；
- m_2 ——空铂坩埚的质量，单位为克 (g)；
- 100——容量瓶的容积，单位为毫升 (mL)；
- m ——试样的质量，单位为克 (g)；
- 50——移取试样溶液的体积，单位为毫升 (mL)。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

A. 7 无机砷 (以 As 计) 的测定

称取 1.00g±0.01g 备检样品 (A. 3)，加水使试样完全润湿，滴加盐酸溶液 (1+1) 至试样完全溶解并过量 2 mL，加热至微沸，冷却后作为被测定试样溶液，按照 GB 5009.11 中的规定进行测定。

A. 8 氟 (F) 的测定

称取 $1.00\text{g} \pm 0.01\text{g}$ 备检样品 (A.3), 加水使试样完全润湿, 滴加盐酸溶液 (1+1) 至试样完全溶解并过量 2 mL, 加热至微沸, 冷却后完全转移至 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。移取 5.00mL 上述溶液置于 50 mL 容量瓶中, 以下按照 GB/T 5009.18 中规定的进行测定。

A.9 铅 (Pb) 的测定

称取 $1.00\text{g} \pm 0.01\text{g}$ 备检样品 (A.3), 加水使试样完全润湿, 滴加盐酸溶液 (1+1) 至试样完全溶解并过量 2 mL, 加热至微沸, 冷却后完全转移至 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。按照 GB 5009.12 中规定的进行测定。

征求意见稿