

电位滴定法检测果酱中还原糖的含量

1 前言

还原糖是指具有还原性的糖类，包括葡萄糖、果糖、半乳糖、乳糖、麦芽糖等，是食品检测的重要指标之一。还原糖常用的测定方法有直接滴定法、高锰酸钾滴定法和比色法。本文使用电位滴定仪改进了直接滴定法的内容，简化了操作步骤，避免了颜色判定的误差，实验结果重复性良好。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

Hanon T960 全自动电位滴定仪，Hamilton 高温铂复合电极和 pH 复合电极，10mL 滴定管单元，电陶炉



2.2 试剂

相关配制见附录。

盐酸溶液(1+1)，碱性酒石酸铜甲液，碱性酒石酸铜乙液，乙酸锌溶液，亚铁氰化钾溶液(106g/L)，氢氧化钠溶液(40g/L)，葡萄糖标准溶液(1.0mg/mL)，硝酸溶液（10%）

3 实验方法

3.1 实验步骤

（1）样品前处理

称取果酱 10g (精确至 0.01g), 置于粉碎机中进行粉碎, 后移入 250mL 容量瓶中, 缓慢加入乙酸锌溶液 5.0mL 和亚铁氰化钾溶液 5.0mL, 加水至刻度, 混匀, 转入烧杯中静置 30min, 用干燥滤纸过滤, 弃去初滤液, 取后续滤液备用。

(2) 碱性酒石酸铜溶液的标定

吸取碱性酒石酸铜甲液 5.0mL 和碱性酒石酸铜乙液 5.0mL, 置于滴定杯中。加水 10mL, 加入葡萄糖标准溶液 9.0mL, 将电陶炉设为内环火 500℃, 控制在 2min 中内加热至沸, 保持沸腾开始滴定至终点, 记录消耗葡萄糖的总体积, 同时平行操作 3 份, 取其平均值, 计算每 10mL(碱性酒石酸甲、乙液各 5.0mL)碱性酒石酸铜溶液相当于葡萄糖的质量(mg)。

(3) 试样溶液预测

吸取碱性酒石酸铜甲液 5.0mL 和碱性酒石酸铜乙液 5.0mL 于滴定杯中, 加水 10mL, 将电陶炉设为内环火 500℃, 控制在 2min 内加热至沸, 选择“动态滴定”模式, 保持沸腾开始滴定至终点, 记录样液消耗体积。

(4) 试样溶液测定

吸取碱性酒石酸铜甲液 5.0mL 和碱性酒石酸铜乙液 5.0mL, 置于滴定杯中, 加水 10mL, 加入试样溶液 4.0mL, 将电陶炉设为内环火 500℃, 控制在 2min 内加热至沸, 保持沸腾开始滴定至终点, 记录样液消耗体积, 同法平行操作六份, 得出平均消耗体积。

3.2 参数设置

滴定模式： 动态滴定	搅拌速度： 4
电极平衡时间： 4s	预搅拌时间： 5s
电极平衡电位： 1mv	补液速度： 5
最小添加体积： 0.02mL	预滴定添加体积： 0.05mL
结束体积： 10mL	预滴定后搅拌时间： 5s
电位突跃量： 300	预控 mv 值： 0

4 结果与讨论

4.1 实验结果

(1) 标定碱性酒石酸铜

编号	葡萄糖体积 (mL)	还原糖含量 (mg)	平均含量 (mg)
1	10.997	10.997	10.956
2	10.920	10.920	
3	10.950	10.950	

(2) 芒果果酱试样溶液

试样名称	编号	样品滴定体积 (mL)	还原糖含量 (g/100g)	平均含量 (g/100g)
芒果饮料	1	1.081	25.038	25.835
	2	1.060	25.535	
	3	1.005	26.938	

(3) 计算公式

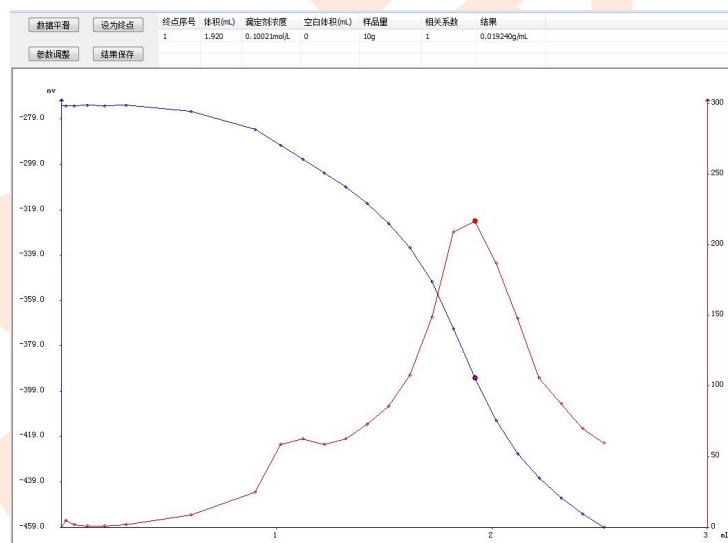
$$X = \frac{m_1}{m \times F \times V/250 \times 1000} \times 100$$

式中：

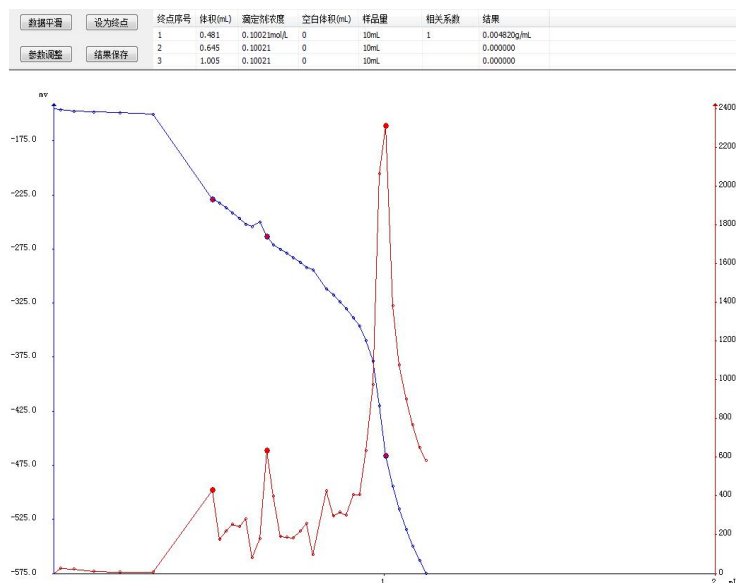
- X --试样中还原糖的含量（以葡萄糖糖计），单位为克每百克(g/100g)；
- m_1 --碱性酒石酸铜溶液（甲、乙液各半）相当于葡萄糖的质量，单位为毫克(mg)；
- m --试样质量，单位为克(g)；
- F --系数，为 1；
- V --测定时平均消耗试样溶液体积，单位为毫升(mL)；
- 250 --定容体积，单位毫升(mL)。

4.2 谱图

(1) 标定碱性酒石酸铜



(2) 芒果果酱



4.3 结论

国标中要求在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%。根据实验得知，图谱出现峰值时溶液蓝色刚好褪去，证实用电位滴定仪采用直接滴定法测定还原糖重复性良好。

参考文献

[1]GB 5009.7-2016 食品安全国家标准 食品中还原糖的测定[S].

注意事项

1 样品前处理

(1) 弃去的初滤液为刚开始滴的 20 滴左右。

2 碱性酒石酸铜溶液的标定

(1) 保持开启电陶炉 500℃ 的内环火，样品实际沸腾时间约为 90s。

(2) 精确移取 9.0mL 葡萄糖溶液，完成后将滴定杯和操作台一并放在电陶炉上，搅拌

并开始计时。

3 滴定管

建议在每次测定前排出滴定管中的气泡，保证管内充满液体。

4 清洗电极

每次测定后用硝酸溶液（10%）清洗电极铂环，以保证响应良好。

附录

- 1) 盐酸溶液(1+1)：量取浓盐酸50mL，加水50mL 混匀；
- 2) 碱性酒石酸铜甲液：称取无水硫酸铜2.4g 和亚甲蓝0.0125g，溶于水中，并稀释至250mL；
- 3) 碱性酒石酸铜乙液：称取酒石酸钾钠12.5g 和氢氧化钠18.75g，溶解于水中，再加入亚铁氰化钾1g，完全溶解后，用水定容至250mL，贮存于橡胶塞玻璃瓶中；
- 4) 乙酸锌溶液：称取乙酸锌21.9g，加冰乙酸3mL，加水溶解并定容于100mL；
- 5) 亚铁氰化钾溶液(106g/L)：称取亚铁氰化钾10.6g，加水溶解并定容至100mL；
- 7) 葡萄糖标准溶液(1.0mg/mL)：准确称取经过98℃~100℃烘箱中干燥2h 后的葡萄糖1g，加水溶解后加入盐酸溶液5mL，并用水定容至1000mL。