



糖品分析实验技术

TANGPIN FENXI SHIYAN JISHU

朴金花 林福兰 主编



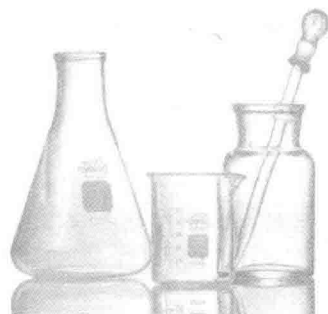
华南理工大学出版社
SOUTH CHINA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY PRESS

糖品分析实验技术

主编 朴金花 林福兰

参编 杨 丽 朱 良 耿安静

主审 陈屏刚



华南理工大学出版社
SOUTH CHINA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY PRESS

· 广州 ·

内 容 提 要

本书是关于糖品的分析和检测的专业教材,内容包括糖品分析实验的基础知识、主要仪器的操作技能及糖品的常规实验分析技术;多糖、低聚糖和糖醇类的实验分析技术;糖品中的有机非糖分、无机非糖分、卫生指标分析实验技术以及综合训练实验技术等。

本教材适用于高等院校糖工程专业、食品科学与工程专业、农副产品加工等专业的师生,也可供从事糖品分析、制糖工业生产与研究的工程技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

糖品分析实验技术/朴金花,林福兰主编. —广州:华南理工大学出版社,2015.4
ISBN 978-7-5623-4543-5

I. ①糖… II. ①朴… ②林… III. ①糖品-食品分析-实验技术-教材
IV. ①TS241-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 063513 号

糖品分析实验技术

朴金花 林福兰 主编

出 版 人: 韩中伟

出版发行: 华南理工大学出版社

(广州五山华南理工大学 17 号楼, 邮编 510640)

<http://www.scutpress.com.cn> E-mail: scutcl3@scut.edu.cn

营销部电话: 020-87113487 87111048 (传真)

责任编辑: 张 颖

印 刷 者: 广州市怡升印刷有限公司

开 本: 787mm × 1092mm 1/16 印张: 18.5 字数: 466 千

版 次: 2015 年 4 月第 1 版 2015 年 4 月第 1 次印刷

印 数: 1 ~ 1 000 册

定 价: 32.00 元

版权所有 盗版必究 印装差错 负责调换

前 言

制糖工业历史悠久。近年来，中国糖业发展迅猛，制糖工程的研究领域不断拓展，由最早的单一蔗糖到葡萄糖，进一步拓宽为涵盖多糖、低聚糖、糖醇、糖酯等糖类及其衍生物的制备、提取、分离、纯化和利用技术，并渗透到糖类药物和生命科学领域。为了适应 21 世纪科学技术迅猛发展的需要，迎接制糖领域向产业化发展的机遇与挑战，培养制糖领域的高级科技人才，我们感到有必要出版这本与《糖品分析》教材配套的实验技术教材。《糖品分析实验技术》过去一直由各校自行编印讲义，到目前为止，尚未见有正式出版的实验教材，本教材的出版填补了这一领域的空白。

本教材主要是在华南理工大学食品学院制糖教研组编写的《制糖工业分析实验》讲义，以及轻工业出版社出版的《甘蔗制糖化学管理分析方法》《甜菜制糖化学管理统一分析方法》等基础上，扩展补充而成。内容涵盖甘蔗制糖、甜菜制糖、淀粉制糖及其糖醇类、糖衍生物类糖类物质分析；制糖工业过程的原材料、半成品、成品和副产品的主要成分及其含量分析、食糖卫生指标的分析；制糖工业过程中的主要工艺参数的测定方法，以及所涉及的基本原理和仪器设备的基本结构、测定步骤及数据处理等。其中许多内容是长期教学和实践的经验总结。教材中采用最新国家标准检测方法，还参考了国际糖品分析统一方法，有较强的实用性和先进性。鉴于各校（或各企业）的实验条件和仪器设备配置的差异，本实验教材既有经典、实用的常规实验方法，也有较先进的仪器分析方法；既有基础实验，又有综合创新实验，供各校根据实际情况和教学要求选开其中的实验。

本书可供高等学校轻工食品类、农副产品加工、商品检验等专业作为“糖品分析”课程的实验教材，也可供甜菜、甘蔗、淀粉制糖工作者以及相关技术人员参考。

参加本书编写的人员有林福兰、朴金花、朱良、杨丽（华南理工大学），耿安静（广东省农科院农产品质量检测中心）。由朴金花、林福兰统稿，全书由陈屏刚主审。

限于编者的水平有限，书中有欠缺和不妥之处，恳请读者批评指正。

编 者
2014 年 6 月

目 录

第一章 糖品分析实验基础知识.....	1
第一节 实验目的及基本要求.....	1
第二节 实验室的安全防护知识.....	2
第三节 常用试剂溶液的配制.....	4
第四节 糖品分析常用术语	16
第五节 仪器与操作	19
第二章 糖品常规分析实验技术	46
第一节 糖品的水分测定	46
实验 2-1-1 常压干燥法测定糖品干燥失重	46
实验 2-1-2 真空干燥法测定绵白糖水分含量	49
实验 2-1-3 卡尔-费休法测定糖品水分含量	51
第二节 视干固物(固溶物)的测定	54
实验 2-2-1 密度法测定糖品固溶物含量	54
实验 2-2-2 折光法测定糖品折光锤度	57
实验 2-2-3 折光法测定果葡糖浆固溶物含量	59
第三节 还原糖分的测定	61
实验 2-3-1 经典兰-艾农法测定糖品中还原糖分含量	62
实验 2-3-2 兰-艾农恒容法测定废蜜及在制品中还原糖分含量	68
实验 2-3-3 奥夫奈尔法测定白砂糖中还原糖含量	71
实验 2-3-4 半胱氨酸-吡唑比色法测定果葡糖浆中果糖的含量	75
第四节 糖度、蔗糖分的测定	77
实验 2-4-1 一次旋光法测定糖品中糖度	78
实验 2-4-2 二次旋光法测定糖品中蔗糖分含量	82
第五节 糖品中总糖的测定	86
实验 2-5-1 化学分析法测定糖品中蔗糖分和总糖分	86
实验 2-5-2 蒽酮比色法测定麦芽糊精中总糖含量	90
第六节 糖品酸度的测定	92
实验 2-6-1 直接电位法测定糖品 pH 值.....	92
实验 2-6-2 化学滴定分析法测定淀粉总酸度	94
实验 2-6-3 自动电位滴定法测定果葡糖浆 pH 值.....	96

第七节 糖品色值及混浊度的测定	98
实验 2-7-1 国际糖色值比色法测定糖品色值	98
实验 2-7-2 衰减指数比色法测定糖品混浊度	102
实验 2-7-3 国标比色法测定白砂糖色值	105
实验 2-7-4 司丹默比色法测定糖厂在制品色值	107
实验 2-7-5 分光光度法测定果葡糖浆色度	109
第八节 糖品中灰分的测定	111
实验 2-8-1 电导法测定糖品中灰分含量	111
实验 2-8-2 质量分析法测定糖品中硫酸灰分含量	115
第九节 糖品中不溶于水杂质的测定	117
实验 2-9-1 质量分析法测定白砂糖中不溶于水杂质含量	117
实验 2-9-2 质量分析法测定果葡糖浆不溶性颗粒物	119
第三章 多糖、低聚糖和糖醇类分析实验	121
第一节 多糖的分析	121
实验 3-1-1 苯酚硫酸法测定总多糖含量	121
实验 3-1-2 旋光法测定淀粉含量	124
实验 3-1-3 咔唑比色法测定果胶含量	126
实验 3-1-4 高效液相色谱法测定葡聚糖含量	130
第二节 低聚糖的分析	132
实验 3-2-1 薄层色谱法测定糖蜜中棉实糖和蔗果三糖含量	132
实验 3-2-2 高效液相色谱法测定低聚异麦芽糖含量	137
实验 3-2-3 离子色谱法测定低聚半乳糖含量	139
第三节 糖醇类的分析	141
实验 3-3-1 气相色谱法测定山梨糖醇和甘露糖醇含量	142
实验 3-3-2 高效液相色谱法测定麦芽糖醇和木糖醇含量	145
实验 3-3-3 高效液相色谱法测定乳糖醇含量	147
第四章 糖品中有机非糖分分析	150
实验 4-1 凯氏定氮法测定糖品中总氮含量	150
实验 4-2 酒精沉淀法测定糖品中总胶体含量	153
实验 4-3 分光光度法测定糖品中乳酸含量	156
实验 4-4 茚三酮比色法测定糖品中氨基酸含量	158
第五章 糖品中无机非糖分分析	162
实验 5-1 钼酸铵比色法测定磷酸值	162
实验 5-2 自动电位滴定法测定氯化物含量	164
实验 5-3 络合滴定法测定钙、镁盐含量	167
实验 5-4 质量分析法测定钾、钠含量	169
实验 5-5 沉淀滴定法测定硫酸盐含量	172

实验 5-6 比色法测定可溶性二氧化硅	174
第六章 食糖卫生指标分析实验	177
第一节 食糖含二氧化硫量的测定	177
实验 6-1-1 盐酸副玫瑰苯胺比色法测定糖品中二氧化硫含量	177
实验 6-1-2 自动电位滴定法测定白砂糖中二氧化硫含量	181
第二节 食糖含砷量的测定	183
实验 6-2-1 比色法测定白砂糖中总砷量	183
实验 6-2-2 氢化物原子荧光光度法测定食糖中总砷量	186
第三节 食糖含铅量的测定	188
实验 6-3-1 石墨炉原子吸收光谱法测定白砂糖中铅含量	189
实验 6-3-2 二硫脲比色法测定食糖中铅含量	191
第四节 食糖含铜量的测定	194
实验 6-4-1 原子吸收光谱法测定白砂糖中铜含量	194
实验 6-4-2 二乙基二硫代氨基甲酸钠比色法测定食糖中铜含量	197
第五节 菌落总数的测定	199
实验 6-5 平板菌落检测计数法测定糖品中菌落总数	200
第六节 大肠菌群的测定	206
实验 6-6 MPN 计数法测定糖品中大肠菌群	206
第七节 致病菌的检测	211
实验 6-7 国标检测法检测糖品中致病菌	212
第七章 综合训练实验	223
综合实验 7-1 甘蔗制糖工艺控制参数的分析	223
综合实验 7-2 白砂糖理化指标的分析	230
综合实验 7-3 糖蜜中糖类物质组分的测定	233
综合实验 7-4 果葡糖浆的组分测定	240
综合实验 7-5 糖品中有害元素砷、铅的测定	246
附录一 分析计算用表	249
附录二 食糖质量标准 (摘录)	279
一、白砂糖国家标准 GB 317—2006	279
二、原糖国家标准 GB 15108—2006	280
三、绵白糖国家标准 GB 1445—2000	280
四、食用葡萄糖国家标准 GB/T 20880—2007	281
五、果葡糖浆国家标准 GB/T 20882—2007	282
六、淀粉糖国家标准 GB 15203—2003	282
参考文献	285

第一章 糖品分析实验基础知识

第一节 实验目的及基本要求

一、实验目的

糖品分析实验是一门实验性科学，糖品分析的结果是许多生产决策的基础，对确定制糖过程中物料的组成，从而使生产过程在最佳工艺参数下进行是很重要的。了解糖品安全控制状态，决定是否需要采取预防或纠偏措施；根据成品的分析结果决定某一批次产品是否合格，能否放行出厂；总之，糖品分析结果在糖业生产过程及科学研究中都极为重要。

通过糖品分析实验可使学生深入理解糖品分析基本原理并掌握实验基础知识和专业基本操作技能，同时学习实验数据的处理方法，正确地表达实验结果。此外，实验过程也是对学生进行素质培养的过程，因此必须充分重视糖品分析实验的教学。

二、基本要求

（一）安全问题

必须高度重视，必须严格遵守实验操作规程。

必备安全应急知识。

实验特点：试剂品种多、酸碱试剂多、仪器品种多；知识面宽、专业性强、实践性强。

（二）实验要求

1. 对实验预习的要求

实验前做充分的准备工作是十分重要的。在做一个实验前，学生必须仔细阅读有关教材内容，如实验原理、步骤和所用到的实验技术，并查阅有关手册或其他参考书。

要了解这次实验要做什么、怎样做、为什么这样做、不这样做行不行、还有什么方法等。知道所用每件仪器装置的名称，了解仪器的工作原理、用途和正确的操作方法等。在实验记录本上写预习报告。

预习报告的内容要求简单明了。用图表形式表示整个实验步骤的流程，设计原始记录表格。

2. 对实验记录的要求

每个学生都必须准备一个实验记录本，并编上页码，不能用活页本或零星纸张代

替。不准撕下记录本的任何一页。如果写错了，可以用笔勾掉，但不能涂抹或用橡皮擦掉。做好实验记录是从事科学实验的一项重要训练。

在实验记录本上做好预习笔记、实验记录和总结讨论。待全部实验完成后交给教师评阅，作为考核资料之一。

3. 对实验过程的要求

在实验过程中，实验者必须遵守实验室守则并严格执行实验操作规程，养成边进行实验边做实验记录的习惯，不许事后凭记忆补写，或以零星纸条暂记再转抄。记录的内容包括实验的全部过程和所观察到的现象。记录要求实事求是，准确反映真实的情况，特别是当观察到的现象和预期的不同以及操作步骤与教材规定的不一致时，要按照实际情况记录清楚，以便作为总结讨论的依据。应该牢记，实验记录是原始资料，科学工作者必须重视。

4. 对实验报告的要求

写好实验报告是完成实验必不可少的重要环节。实验报告包括以下项目：实验名称、实验日期、简明实验原理、实验仪器及试剂、主要实验步骤或主要实验条件、实验数据及其处理以及结果、讨论与思考题等。实验结果的分析与讨论是实验报告的重要内容，可从做好实验的关键、失败的教训及自己的体会、实验现象的分析和解释、结果的误差分析以及对该实验的改进意见等方面，选择体会较深者讨论一项或几项。

第二节 实验室的安全防护知识

实验室的安全是头等大事，凡进入实验室工作的人员，包括教师、实验员、学生都必须保持高度的安全意识，严格遵守实验操作规程和实验室规章制度，时刻保持警惕，防患于未然。

一、实验室危险性种类

1. 易燃、易爆危险

实验室内存有易燃、易爆等化学危险品，如高压气体钢瓶、低温液化气体，还要进行蒸馏、干燥、浓缩等操作。如果操作不当或没有遵守实验安全操作规定，就有可能导致安全事故的发生。

2. 有毒气体危险

在糖品分析实验中，经常使用具有挥发性的有毒、有害试剂，在实验过程中也可能产生有毒气体和腐蚀性气体，如不注意，有引起中毒的可能。

3. 机械伤害危险

分析实验中经常安装玻璃仪器、连接管道、接触运转中的设备，如果操作者疏忽大意或思想不集中就会导致机械伤害事故的发生。

4. 触电危险

实验室经常接触电气设备及高压仪器设备，用电安全必须时刻注意。

5. 其他危险

涉及放射性、微波辐射、电磁场的工作场所应有适当的防护措施,防止泄漏。

二、实验室安全守则

(1) 实验室人员必须熟悉仪器、设备的性能和使用方法,按规定要求进行操作。

(2) 凡进行危险性实验,实验人员应首先检查防护措施,保证防护妥当后,才可进行操作。实验过程中操作人员不得擅自离开,实验完成后立即做好善后清理工作,并做好记录。

(3) 凡有毒气或有刺激性气体发生的实验,应在通风柜内进行,做好个人防护工作,不得把头伸进通风柜内。

(4) 凡接触或使用腐蚀性和刺激性药品,如强酸、强碱、氨水、过氧化氢、冰醋酸等,取用时应佩戴橡皮手套和防护眼镜,瓶口不要直接对着人,禁用裸手直接拿取上述物品。开启有毒气体容器时应戴防毒面具。

(5) 不使用无标签(或标志)容器盛放的试剂、试样。

(6) 实验中产生的有毒、有害废液/废物应集中处理,不得任意排放或流入下水道。酸、碱或有毒物品溅落时,应及时清理及除毒。

(7) 严格遵守安全用电规程。不使用绝缘不良或接地不良的电气设备,不准擅自拆修电器。

(8) 安装玻璃仪器时,要用布巾包裹。往玻璃管上套橡皮管时,管口应烧圆滑,并用水或甘油润滑,防止玻璃管破裂割伤手。

(9) 实验完毕,实验人员应养成洗手离开的习惯。

(10) 实验室应配备消防器材。实验人员要熟悉消防器材的使用方法并掌握相关灭火知识。

(11) 实验结束,人员离开实验室前要检查水、电、燃气和门窗是否关好,确保安全,并做好登记。

三、常见的实验事故处理和急救

1. 实验室灭火

实验室有发生火灾的潜在危险。万一发生火灾,切忌惊慌失措,在拨打119报警电话的同时,如能在火灾发生的初期采取适当的措施,可以将损失大大减小。实验室灭火的原则是移去或隔绝燃料的来源,隔绝空气(氧气),降低温度。对不同物质引起的火灾,应采取不同的扑救方法。

(1) 防止火势蔓延,首先切断电源,熄灭所有加热设备,快速移去附近的可燃物质,关闭通风装置,减少空气流通。

(2) 立即扑灭火焰,设法隔绝空气,使温度下降到可燃物的着火点以下。

(3) 火势较大时,可用灭火器扑救。二氧化碳灭火器用以扑救电器、油类和酸类

物质引起的火灾,不能扑救钾、钠、镁、铝等物质引起的火灾;泡沫灭火器适用于有机溶剂、油类着火,不宜扑救电器着火;干粉灭火器适用于扑灭油类、有机物、遇水燃烧物质引起的火灾;1211 灭火器适用于扑救油类、有机溶剂、精密仪器、文物档案等着火。

水是最常用的灭火手段,但在下列情况下应注意:能与水发生猛烈作用的物质失火时,不能用水灭火;比水轻,不溶于水的易燃与可燃液体着火时,不能用水灭火;电气设备及电线着火时,首先用四氯化碳灭火剂灭火,电源切断后才能用水扑救,严禁在未切断电源前用水或泡沫灭火剂扑救。

2. 化学物质中毒及灼伤的急救

(1) 有毒气体的中毒。常见有毒气体如氯气、硫化氢、氮氧化物、一氧化碳等,如果发生人员中毒,要立即将中毒者抬到空气新鲜处,报警或送医院急救,其他人员立即离开现场。

(2) 强酸、强碱灼伤。受到硫酸、盐酸、硝酸等强酸伤害时,立即用大量水冲洗患部,然后用 2% 的小苏打水冲洗患部;受到 NaOH、KOH 等强碱溶液伤害时,迅速用大量水冲洗,再用 2% 稀醋酸或 2% 硼酸充分洗涤伤处。遇有衣服粘连在皮肤上,切忌撕开或揭开,以防破坏皮肤组织,应大量冲水后再送医院由医生处理。

3. 触电的急救

遇到触电事故时,必须保持冷静,立即拉下电闸断电,或用木棍将电源线拨离触电者。千万不要徒手和脚底无绝缘体情况下去拉触电者。如在高处,要防止切断电源后摔伤。脱离电源后,检查伤员呼吸和心跳情况。若呼吸停止,应立即进行人工呼吸,并报警呼救。

第三节 常用试剂溶液的配制

一、常用化学试剂

1. 化学试剂的规格

在我国,化学试剂规格按纯度来划分,分为高纯、色谱纯、基准、分光纯、优级纯、分析纯、化学纯等 7 个等级。国家和主管部门颁布质量指标的有优级纯(GR, 99.8%, 绿色标签)、分析纯(AR, 99.7%, 红色标签)、化学纯(CP, $\geq 99.5\%$, 蓝色标签)。糖品理化检验使用的试剂除特别注明外,一般为分析纯(AR)试剂。乙醇除特别注明外,系指 95% 的乙醇。

2. 常用酸碱试剂的规格

在糖品分析中,常用的酸碱试剂有盐酸、硫酸、硝酸、磷酸及氨水等,如果没有指明浓度,即为市售的浓盐酸、浓硫酸、浓硝酸、浓磷酸及浓氨水等。常用的市售酸碱试剂的纯度见表 1-1。

表 1-1 常用市售酸碱试剂的规格

试剂名称	分子式	相对分子质量 M_r	密度 ρ (g/mL)	质量分数 w (%)	物质的量的浓度 c_B (mol/L)
硫酸	H_2SO_4	98.8	1.84	96 ~ 98	18 (H_2SO_4)
盐酸	HCl	36.46	1.19	36 ~ 38	12 (HCl)
硝酸	HNO_3	63.01	1.42	65 ~ 68	16 (HNO_3)
磷酸	H_3PO_4	98.00	1.69	85	15 (H_3PO_4)
冰乙酸	CH_3COOH	60.05	1.05	99	17 (CH_3COOH)
乙酸	CH_3COOH	60.05	1.04	36	6.3 (CH_3COOH)
氨水	$NH_3 \cdot H_2O$	17.03	0.9	25 ~ 28	15 ($NH_3 \cdot H_2O$)

二、实验用水、试剂、溶剂与溶液的规格

(1) 本教材检验方法中所使用的水, 在没有注明其他要求时, 系指纯度能满足检验分析要求的蒸馏水或去离子水。

(2) 配制溶液的试剂及所用的溶剂应符合分析项目要求。配制标准溶液时, 一般先用分析纯 (AR) 试剂粗配, 再用工作基准试剂 (JZ) 或优级纯 (GR) 进行标定。

(3) 试剂的规格, 凡未指明规格者, 均为分析纯 (AR)。当需要其他规格时, 将另作说明, 但指示剂和生物染料不分规格。

(4) 一般试剂及提取用的溶剂可用化学纯试剂, 如遇试剂空白高或测定有干扰时, 则需要采用更纯的试剂或经纯化处理的试剂。

(5) 配制微量物质 (含量在 $1000\mu g/mL$) 的标准溶液时, 所用的试剂纯度应在分析纯以上。

(6) 溶液未指明用何种溶剂配制时, 均指水溶液。

三、常用溶液浓度单位表示方法及计量单位

(一) 常用溶液浓度的表示方法

1. 质量分数 (%)

质量分数系指溶质的质量与溶液的质量之比, 用符号 w_B 表示, B 代表溶质。如 $w_{HCl} = 37\%$, 表示 100g 溶液中含有 37g 氯化氢。

2. 体积分数 (%)

体积分数系指在相同的温度和压力下, 溶质的体积与溶液的体积之比, 用符号 φ_B 表示, B 代表溶质。如 $\varphi_{CH_3CH_2OH} = 80\%$, 表示 100mL 溶液中含有 80mL 无水乙醇。

3. 质量浓度 (g /L)

质量浓度系指溶质的质量与溶液的体积之比, 用符号 ρ_B 表示, B 代表溶质。如 $\rho_{\text{NaOH}} = 10\text{g /L}$, 指 1L 溶液中含有 10g 氢氧化钠。当浓度很稀时, 可用 mg /L , $\mu\text{g /L}$, ng /L 等质量浓度单位。

4. 物质的量浓度 (mol /L)

物质的量浓度指溶质的物质的量与溶液的体积之比, 可用符号 c_B 表示, B 代表溶质的基本单元。如 $c_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 1\text{mol /L}$, 表示 1L 溶液中含有 1mol H_2SO_4 。

5. 比例浓度

比例浓度系指溶液中各组分的体积比。如正丁醇 - 氨水 - 无水乙醇 (7 : 1 : 2), 指 7 体积正丁醇、1 体积氨水和 2 体积无水乙醇混合而成的溶液。

6. 滴定度 (g /mL)

滴定度系指 1mL 标准溶液相当于被测物的质量, 用 $T_{S/X}$ 表示, S 代表滴定剂 (标准溶液) 的化学式。如 $T_{\text{HCl}/\text{Na}_2\text{CO}_3} = 0.005316\text{g /mL}$, 表示 1mL 盐酸标准溶液相当于 0.005316g 碳酸钠。

(二) 常用的计量单位

《中华人民共和国计量法》规定采用国际单位制, 国家计量局于 1984 年 6 月 9 日颁布了《我国法定计量单位的使用方法》, 因此, 糖品分析中所用的计量单位, 均应采用中华人民共和国法定计量单位, 法定的计量单位名称及其符号详见表 1-2。

表 1-2 分析检测中常用的量及其单位的名称和符号

量的名称	量的符号	单位名称	单位符号	倍数与分数单位
物质的量	n_B	摩 [尔]	mol	mmol 等
质量	m	千克	kg	g、mg、 μg 等
体积	V	立方米	m^3	L (dm^3)、mL 等
摩尔质量	M_B	千克每摩 [尔]	kg /mol	g /mol 等
摩尔体积	V_B	立方米每摩 [尔]	m^3/mol	L /mol 等
物质的量浓度	c_B	摩 [尔] 每立方米	mol / m^3	mol /L 等
质量分数	w_B	—	%	—
体积分数	φ_B	—	%	—
质量浓度	ρ_B	千克每立方米	kg / m^3	g /L、g /mL 等
滴定度	$T_{S/X}, T_S$	克每毫升	g /mL	—
密度	ρ	千克每立方米	kg / m^3	g /mL、g / m^3
相对原子质量	A_r	—	—	—
相对分子质量	M_r	—	—	—

四、常用试剂的配制与标定

标准溶液、指示剂的配制，应按中华人民共和国国家标准 GB601《化学试剂滴定分析用标准溶液的制备》规定的方法配制溶液或进行标定。滴定分析用标准溶液在常温（15 ~ 25℃）下保存时间一般不得超过两个月。下面介绍糖品分析中常用标准试剂的配制与标定。

（一）硫酸标准溶液的配制与标定

下面介绍 0.5mol/L、0.25mol/L、1/5.6mol/L、0.05mol/L 硫酸标准溶液的配制及标定。

1. 配制

分别量取 30、15、10.5、3mL 浓硫酸（密度 1.84g/mL），缓缓注入蒸馏水中，冷却，并稀释至 1000mL，摇匀待标。

2. 标定方法

（1）直接标定法：准确称取经 270 ~ 300℃ 干燥至恒重的基准物无水碳酸钠，标定 0.5mol/L 硫酸溶液取约 0.7g，0.25mol/L 取约 0.35g、1/5.6 mol/L 取约 0.25g，0.05mol/L 取约 0.07g（准确至 0.0002g）。溶于 50mL 水中，加 10 滴溴甲酚绿 - 甲基红混合指示液，用相应的硫酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色，煮沸 2min，冷却后继续滴定至溶液呈暗红色。同时做空白试验。

$$c = \frac{1000m}{52.99(V - V_1)} \quad (1-1)$$

式中， c —硫酸标准溶液物质的量浓度 [$c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)$]，mol/L；

m —无水碳酸钠的质量，g；

V —消耗硫酸溶液的体积，mL；

V_1 —空白试验消耗的硫酸溶液的体积，mL；

52.99—无水碳酸钠的摩尔质量（以 $\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3$ 计），g/mol。

（2）分段标定法：当配制的硫酸标准液的浓度很低时可采用分段配制法，下面介绍 0.025mol/L、1/56 mol/L、0.005mol/L 硫酸标准溶液的配制及标定方法。

配制：量取 30mL 浓硫酸（密度 1.84g/mL），缓缓注入蒸馏水中，冷却并稀释至 1000mL，摇匀。该溶液浓度约为 0.5mol/L，分别量取该硫酸溶液 50mL、36mL、10mL，加水定容至 1000mL，摇匀待标。

标定：准确称取经 270 ~ 300℃ 干燥至恒重的基准物无水碳酸钠，标定 0.025mol/L 硫酸溶液取约 1.35g，1/56 mol/L 取约 1.0g，0.005mol/L 取约 0.27g（准确至 0.0002g），加水溶解并定容至 1000mL，用移液管准确吸取 25mL，置于 250mL 锥形瓶中，加 10 滴溴甲酚绿 - 甲基红混合指示液，用相应的硫酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色，煮沸 2min，冷却后继续滴定至溶液呈暗红色，同时做空白试验。

$$c = \frac{25m}{52.99(V - V_1)} \quad (1-2)$$

(3) 比较标定法: 准确吸取 25mL 欲标定的硫酸溶液于 250mL 锥形瓶中, 加入约 50mL 不含二氧化碳的蒸馏水及 2 滴 10 g/L 酚酞指示液, 用相应的氢氧化钠标准溶液滴至溶液呈粉红色即为滴定终点。

$$c = \frac{c_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}}}{V_{\text{H}_2\text{SO}_4}} \quad (1-3)$$

式中, c —硫酸标准溶液物质的量浓度 [$c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)$], mol/L;

c_{NaOH} —NaOH 标准溶液物质的量浓度, mol/L;

V_{NaOH} —NaOH 标准溶液的体积, mL;

$V_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ —准确吸取欲标定的硫酸溶液体积 (以 $\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4$ 计), mL。

(二) 盐酸标准溶液的配制与标定

以下介绍 1mol/L、0.5mol/L、0.1mol/L 盐酸标准溶液的配制及标定方法。

1. 配制

分别量取 90mL、45mL、9mL 浓盐酸 (密度 1.19g/mL) 缓缓注入蒸馏水中, 冷却并稀释至 1000mL, 摇匀。

2. 标定

按硫酸标准液的标定方法进行标定。

准确称取 1.5g 左右于 270 ~ 300℃ 干燥至恒重的基准物无水碳酸钠, 加 50mL 水使之溶解, 再加 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示剂, 用 c_{HCl} 约 1mol/L 的盐酸溶液滴定至溶液由绿色转变为紫红色, 煮沸 2min, 冷却至室温, 继续滴定至溶液由绿色变为暗紫色。做三个平行试验, 同时做试剂空白对照试验。

标定 c_{HCl} 约 0.1mol/L 的盐酸溶液时, 步骤同上, 但基准物无水碳酸钠的质量变为 0.15g。

3. 结果计算

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.0530} \quad (1-4)$$

式中, c —盐酸标准溶液的实际浓度, mol/L;

m —基准无水碳酸钠的质量, g;

V_1 —样品消耗盐酸标准溶液的体积, mL;

V_2 —空白试验消耗盐酸标准溶液的体积, mL;

0.0530—无水碳酸钠的毫摩尔质量 (以 $\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3$ 计), g/mmol。

(三) 氢氧化钠标准溶液的配制与标定

1. 氢氧化钠饱和溶液的配制

称取 120g 氢氧化钠, 加 100mL 水, 振摇使之溶解成饱和溶液, 冷却后置于聚乙烯塑料瓶中, 密塞, 放置数日, 澄清后备用。

2. 1.0mol/L、0.50mol/L、1/2.8mol/L、0.1mol/L 氢氧化钠标准溶液的配制

分别量取 52、26、18.6、5.2mL 氢氧化钠饱和溶液, 用不含二氧化碳的蒸馏水稀释至 1000mL。摇匀后标定。

3. 标定

准确称取经 105 ~ 110℃ 干燥至恒重的基准物邻苯二甲酸氢钾, 标定 1.0mol/L 氢氧化钠溶液取约 6g, 0.5mol/L 取约 3g, 1/2.8mol/L 取约 2g, 0.1mol/L 取约 0.5g (准确至 0.0002g), 溶于 80mL 不含二氧化碳的蒸馏水中, 加 2 滴 10g/L 酚酞指示液, 立即以欲标定的氢氧化钠滴定至微红色, 即为终点。同时做空白试验。

4. 结果计算

$$c = \frac{1000m}{204.2(V - V_1)} \quad (1-5)$$

式中, c —氢氧化钠标准溶液的实际浓度, mol/L;

m —基准邻苯二甲酸氢钾的质量, g;

V —氢氧化钠标准溶液的用量, mL;

V_1 —空白试验中氢氧化钠标准溶液用量, mL;

204.2—邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量, g/mol。

(四) 碘量法试剂的配制与标定

1. 1.25mol/L 硫代硫酸钠贮备液的制备

称取 310g 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 及 1g 无水碳酸钠 (Na_2CO_3), 用刚煮沸过且已冷却的蒸馏水溶解并稀释至 1000mL。保存在清洁的棕色瓶中, 放置 8 ~ 14 天过滤后使用。

硫代硫酸钠溶液遇酸、空气中的氧以及水中的细菌, 极易分解, 当水中含有铜离子时, 亦能促使其分解。因此所用的水最好是高纯度的灭菌水, 或在配成的溶液中加入少量的碘化汞 (HgI_2 , 10mg/L), 避免与日光、空气接触。为使浓度稳定, 还必须加入少量的碳酸钠, 先配较浓溶液并放置较长时间, 使用前稀释至所需的浓度。

2. 0.1mol/L 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定

(1) 配制: 量取 1.25mol/L 硫代硫酸钠贮备液 160mL, 用经煮沸灭菌且已冷却的水稀释至 2000mL。

(2) 标定: 准确称取于 120℃ 烘至恒重的基准物重铬酸钾 0.15g (称准至 0.0002g), 置于碘量瓶中, 加入蒸馏水 25mL, 加 2g 碘化钾及 20mL 浓度为 2mol/L 硫酸, 摇匀。于暗处放置 10min。加 150mL 水, 用 0.1mol/L 硫代硫酸钠溶液滴定, 近终点时加 5g/L 淀粉指示液 2mL, 继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时做空白试验。

$$c = \frac{1000m}{49.03(V - V_1)} \quad (1-6)$$

式中, c —硫代硫酸钠标准溶液物质的量浓度, mol/L;

m —重铬酸钾的质量, g;

V —消耗硫代硫酸钠溶液的体积, mL;

V_1 —空白试验消耗的硫代硫酸钠溶液的体积, mL;

49.03—重铬酸钾的摩尔质量 (以 $\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 计), g/mol。

3. 0.05mol/L、0.0323mol/L、1/32 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液的配制及标定

(1) 配制: 分别量取 1.25mol/L 硫代硫酸钠贮备液 80、52、50mL, 用经煮沸灭菌并冷却的蒸馏水分别稀释至 2000mL, 即成浓度分别约为 0.05mol/L、0.0323mol/L、1/32 mol/L 的硫代硫酸钠溶液。

(2) 标定: 准确称取经 120℃ 烘至恒重的基准物重铬酸钾, 标定 0.05mol/L 硫代硫酸钠溶液取约 2.45g, 标定 0.0323mol/L 及 1/32 mol/L 溶液取约 1.58g (称准至 0.0002g)。用约 100mL 水溶解, 然后移入 1000mL 容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀。按硫代硫酸钠溶液的浓度范围, 用移液管准确吸取相应的重铬酸钾溶液 25mL, 注入 250mL 碘量瓶, 加 2g 碘化钾和 15mL 浓度为 2mol/L 的硫酸, 将瓶塞盖紧, 轻轻摇匀, 放置于暗处 5min, 加 100mL 水, 用待标定的硫代硫酸钠溶液滴至淡黄色, 加 5g/L 淀粉指示液 2mL, 继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时做空白试验。

$$c = \frac{25m}{49.03(V - V_1)} \quad (1-7)$$

4. 0.5mol/L 碘贮备液的配制

分别称取碘 130g、碘化钾 290g。先将碘化钾溶于少量水中, 然后在不断搅拌下加入碘。使其完全溶解后, 稀释至 1000mL, 摇匀。必要时用玻璃纤维过滤, 贮于深棕色瓶中。

5. 0.05mol/L 碘标准溶液的配制与标定

(1) 配制: 量取 0.5mol/L 贮备液 100mL, 稀释至 1000mL。

(2) 标定:

直接标定法 称取 0.15g 预先在硫酸干燥器中干燥至恒重的基准物三氧化二砷 As_2O_3 (称准至 0.0002g)。置于 250mL 碘量瓶中, 加 1mol/L 氢氧化钠 4mL 溶解, 再加 50mL 水和两滴 10g/L 酚酞指示剂, 用 0.5mol/L 的硫酸滴至红色消失。加入碳酸氢钠 3g 及 5g/L 淀粉指示液 3mL, 用 0.05mol/L 碘溶液滴定至溶液呈浅蓝色。同时作空白试验。

$$c = \frac{1000m}{49.46(V - V_1)} \quad (1-8)$$

式中, c —碘标准溶液物质的量浓度 (以 $\frac{1}{2}\text{I}_2$ 计), mol/L;

m —三氧化二砷的质量, g;

V —消耗碘标准溶液的体积, mL;