

果品质量安全分析技术



聂继云 主 编

刘凤之 董雅凤 李 静 副主编



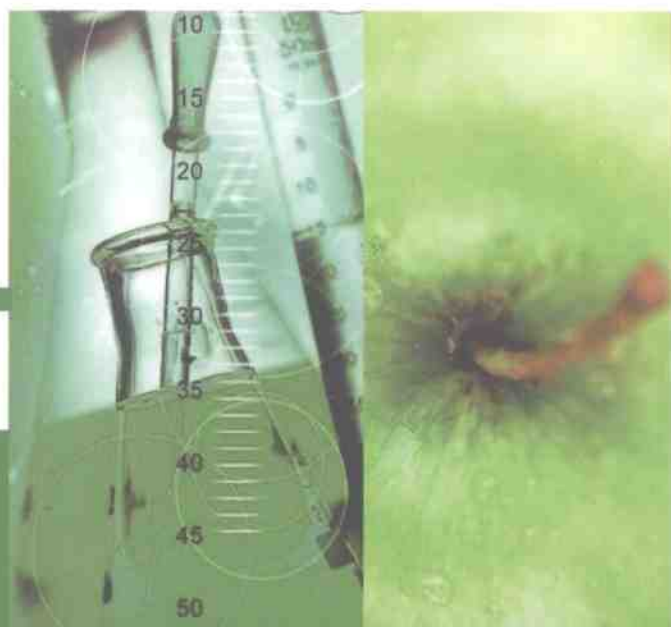
GUOPIN
ZHILIANG
ANQUAN
FENXI
JISHU



化学工业出版社



www.cip.com.cn
读科技图书 上化工社网



ISBN 978-7-122-05365-7



9 787122 053657 >

销售分类建议：轻工/食品

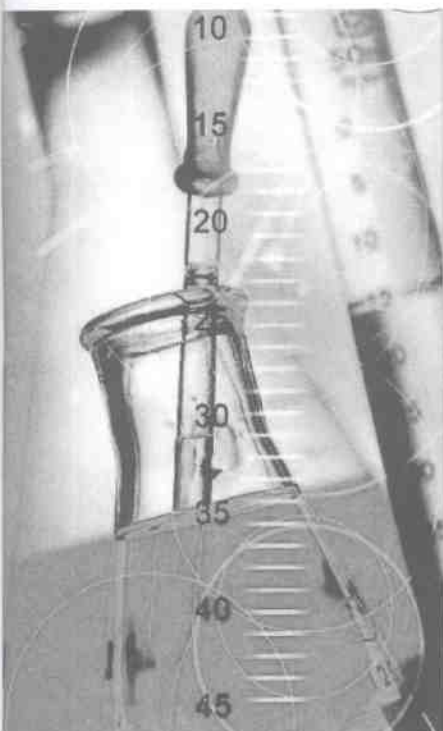
定价：49.00元

果品质量安全分析技术



聂继云 主 编

刘凤之 董雅凤 李 静 副主编



UOPIN
ZHILIANG
ANQUAN
FENXI
JISHU



化学工业出版社
· 北京 ·

全书共分6章,系统介绍了果品质量安全分析基础知识、果品质量安全要求以及果品内在品质、有益元素、有害元素、农药残留和其他成分的分析技术。编入本书的技术均为成熟技术,具有较强的科学性、先进性、实用性和可操作性。其中的许多技术不仅适用于果品分析,也适用于果品加工品分析。为便于读者选择,本书为不少指标提供了两种以上的分析技术。

本书内容全面,语言精练。可供质检部门、科研院所、农林院校、农技推广机构、果品生产经营单位有关人员和相关专业院校师生参考。

图书在版编目(CIP)数据

果品质量安全分析技术/聂继云主编. —北京:化学工业出版社, 2009.6

ISBN 978-7-122-05365-7

I. 果… II. 聂… III. 水果加工-质量管理:安全管理
IV. TS255.7

中国版本图书馆CIP数据核字(2009)第060301号

责任编辑:张彦

文字编辑:周侗

责任校对:宋玮

装帧设计:杨北

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印刷:北京云浩印刷有限责任公司

装订:三河市万龙印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张17 字数414千字 2009年8月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:49.00元

版权所有 违者必究

前 言

20 世纪 90 年代以来，我国果品生产持续快速发展，至 2007 年，我国已保持世界第一果品生产和消费大国近 20 年，果树栽培面积和产量分别达到 1047.1 万公顷和 10520.3 万吨。然而，随着我国果品产量和进出口贸易的增加以及人民消费水平的迅速提高，果品质量安全备受关注。果品质量安全主要包括品质、重金属含量和农药残留量三个方面，果品品质已成为影响果品生产和市场销售的关键因素，而果品农药残留量和有害元素含量则关系到消费者的身体健康。无论是果品研究，还是果品生产、贮运与贸易，果品质量安全分析均必不可少，然而，尚未见关于果品质量安全的分析技术工具书。

为此，我们组织有关专家，结合长期的果品质量安全分析工作，编写了本书，以供质检部门、科研院所、农林院校、农技推广机构、果品生产经营单位有关人员和师生参考。本书内容全面，语言精练。全书共分 6 章，系统介绍了果品质量安全分析基础知识、果品质量安全要求以及果品内在品质、有益元素、有害元素、农药残留和其他成分的分析技术。编入本书的技术均为成熟技术，具有较强的科学性、先进性、实用性和可操作性。其中的许多技术不仅适用于果品分析，也适用于果品加工品分析。为便于读者选择，本书为不少指标提供了两种以上的分析技术。本书由聂继云研究员任主编，刘凤之研究员、董雅凤研究员和李静副研究员任副主编，王孝娣、徐国锋、毋永龙、李海飞、李海航、张尊平、吴春红、李萍、赵进春、王强、游国玲、熊小燕等同志参加编写工作，李海航绘制了部分图片。由于编者业务水平有限，积累的资料和经验不足，书中难免有不妥和疏漏，希望读者和同行批评指正。

聂继云

中国农业科学院果树研究所果品质量安全研究中心

农业部果品及苗木质量监督检验测试中心（兴城）

2009 年 2 月

目 录

第一章 果品质量安全分析基础	1
第一节 基本概念和基本要求	1
一、几个基本概念	1
二、仪器设备要求	1
三、试剂要求	1
四、溶液配制要求	2
第二节 常用标准滴定溶液的配制与标定	2
一、盐酸标准滴定溶液	2
二、硫酸标准滴定溶液	3
三、氢氧化钠标准滴定溶液	4
四、氢氧化钾标准滴定溶液	5
五、高锰酸钾标准滴定溶液	5
六、硝酸银标准滴定溶液	5
七、硫代硫酸钠标准滴定溶液	6
八、硫氰酸钾标准滴定溶液	7
九、碘标准滴定溶液	7
第三节 常用洗涤液的配制与使用	8
一、重铬酸钾-硫酸洗液	8
二、肥皂洗液、碱洗涤液、合成洗涤剂洗涤液	8
三、氢氧化钾-乙醇洗涤液	8
四、酸性草酸或酸性羟胺洗涤液	8
五、硝酸洗涤液	8
第四节 实验室样品取样量	9
第二章 果品内在品质的测定	10
第一节 固形物的测定	10
一、可溶性固形物的测定	10
二、水不溶性固形物的测定	17
第二节 糖的测定	18
一、果品含糖量标准	18
二、可溶性糖的测定	20
三、还原糖的测定	23
四、葡萄糖的测定	25
五、蔗糖的测定	29
六、多糖的测定	29

第三节 酸的测定和糖酸比的计算	30
一、果品含酸量标准	30
二、可滴定酸的测定	33
三、挥发性酸度的测定	36
四、糖酸比的计算	37
五、pH 值的测定	38
第四节 维生素的测定	38
一、核黄素的测定	38
二、硫胺素（维生素 B ₁ ）的测定	43
三、维生素 E 的测定	46
四、维生素 C 的测定	49
第五节 淀粉的测定	59
一、淀粉含量的测定	59
二、粗淀粉含量的测定	63
三、苹果淀粉含量的碘显色反应	64
第六节 纤维的测定	65
一、粗纤维的测定	65
二、不溶性膳食纤维的测定	66
三、总膳食纤维的测定	67
第七节 蛋白质、氨基酸和氨基态氮的测定	68
一、蛋白质的测定	68
二、游离氨基酸的测定	72
三、氨基态氮的测定	73
第八节 脂肪的测定	74
一、索氏抽提法	74
二、酸水解法	75
第九节 果汁、果胶、单宁和石细胞含量的测定	76
一、果汁含量的测定	76
二、果胶的测定	77
三、单宁的测定	78
四、石细胞的测定	79
第十节 含水量的测定	80
一、直接干燥法	80
二、减压干燥法	82
三、共沸蒸馏法	83
第十一节 灰分及盐酸不溶性灰分的测定	84
一、灰分的测定	84
二、盐酸不溶性灰分的测定	84
第十二节 植物色素的测定	86
一、类胡萝卜素全量的测定	86

二、胡萝卜素的测定	86
三、叶绿素的测定	89
第十三节 果实硬度标准及其测定	89
一、果实硬度标准	89
二、果实硬度的测定	90
第三章 果品有益元素的测定	92
第一节 有机物的分解方法	92
一、灰化法	92
二、湿分解法	93
第二节 钾、钠的测定	94
一、果品中钾、钠含量	94
二、果品中钾、钠的测定	95
第三节 钙的测定	96
一、果品中钙含量	96
二、果品中钙的测定	96
第四节 铁、镁、锰的测定	99
一、果品中铁、镁、锰含量	99
二、果品中铁、镁、锰的测定	99
第五节 锌的测定	101
一、果品中锌含量	101
二、果品中锌的测定	101
第六节 铜的测定	105
一、果品中铜含量	105
二、果品中铜的测定	105
第七节 磷的测定	107
一、果品中磷含量	107
二、果品中磷的测定	108
第八节 硒的测定	110
一、果品中硒含量	110
二、果品中硒的测定	110
第四章 果品有害元素的测定	114
第一节 水果有害元素限量标准	114
第二节 氟的测定	114
一、扩散-氟试剂比色法	114
二、灰化蒸馏-氟试剂比色法	116
三、氟离子选择电极法	118
第三节 总砷和无机砷的测定	119
一、总砷的测定	119
二、无机砷的测定	126
第四节 铅的测定	128

一、石墨炉原子吸收光谱法	128
二、火焰原子吸收光谱法	130
三、二硫脲比色法	132
四、氢化物原子荧光光谱法	134
五、单扫描极谱法	136
第五节 总汞的测定	137
一、原子荧光光谱分析法	137
二、冷原子吸收光谱法	139
三、二硫脲比色法	142
第六节 镉的测定	144
一、碘化钾-4-甲基戊酮-2 法	144
二、二硫脲-乙酸丁酯法	145
三、分光光度法	146
四、石墨炉原子吸收光谱法	147
五、原子荧光法	149
第七节 锡的测定	151
一、氢化物原子荧光光谱法	151
二、苯芴酮比色法	152
第八节 铬的测定	153
一、原子吸收石墨炉法	153
二、示波极谱法	155
第九节 镍的测定	156
一、分光光度法	156
二、原子吸收分光光度法	157
第十节 锆的测定	159
一、苯基荧光酮分光光度法	159
二、原子吸收分光光度法	160
三、原子荧光光谱法	162
第十一节 铈的测定	163
第五章 果品农药残留的测定	166
第一节 果品农药最大残留限量标准	166
一、国家标准	166
二、农业行业标准	168
第二节 我国果品农药残留检测方法标准	169
一、我国果品农药残留测定方法标准基本情况	169
二、我国果品农药残留测定方法标准发展趋势	172
第三节 有机磷农药残留量的测定	173
一、54 种有机磷类农药的多残留测定——气相色谱法	173
二、22 种有机磷农药的多残留测定——气相色谱法	176
第四节 有机氯和拟除虫菊酯类农药残留量的测定	178

一、41种有机氯类、拟除虫菊酯类农药的多残留测定——气相色谱法	178
二、10种有机氯和6种拟除虫菊酯类农药的多残留测定——气相色谱法	181
三、吡虫啉、吡虫清残留量的测定——高效液相色谱法	183
四、苹果和柑橘中硫丹残留量的测定——气相色谱-质谱法	184
第五节 氨基甲酸酯类农药残留量的测定	186
一、10种氨基甲酸酯类农药及其代谢物的多残留测定——气相色谱法	186
二、6种氨基甲酸酯类农药残留量的测定——气相色谱法	188
第六节 杀螨剂残留量的测定	190
一、双甲脒残留量的测定——气相色谱法	190
二、溴螨酯残留量的测定——气相色谱法	192
三、柑橘中唑螨酯残留量的测定——高效液相色谱法	193
四、梨果类水果和柑橘类水果中噻螨酮残留量的测定——高效液相色谱法	195
五、柑橘中苯丁锡残留量的测定——气相色谱法	196
六、柑橘中苯螨特残留量的测定——高效液相色谱法	197
七、三唑锡残留量的测定	197
八、克螨特残留量的测定——气相色谱法	200
九、单甲脒残留量的测定——液相色谱法	201
十、四螨嗪残留量的测定	203
十一、阿维菌素残留量的测定——液相色谱法	206
第七节 有机脲农药残留量的测定	208
一、除虫脲残留量的测定——液相色谱法	208
二、苹果中氟虫脲残留量的测定——液相色谱法	209
三、灭幼脲残留量的测定——液相色谱法	210
第八节 杀菌剂和防腐保鲜剂残留量的测定	211
一、柑橘中邻苯基苯酚及其钠盐残留量的测定——气相色谱法	211
二、抑霉唑残留量的测定——气相色谱法	213
三、烯唑醇残留量的测定	214
四、苹果中福美双残留量的测定——分光光度法	217
五、甲霜灵残留量的测定	218
六、咪鲜胺残留量的测定——气相色谱法	220
七、多效唑残留量的测定——气相色谱-质谱法	222
第九节 除草剂残留量的测定	223
一、柑橘中2,4-滴残留量的测定——气相色谱法	223
二、柑橘中百草枯残留量的测定——气相色谱法	225
三、草甘膦残留量的测定	226
第六章 果品中其他成分的测定	233
第一节 亚硫酸盐的测定	233
一、盐酸副玫瑰苯胺法	233
二、蒸馏法	234
第二节 硝酸盐和亚硝酸盐的测定	235

一、亚硝酸盐的测定..... 235

二、硝酸盐的测定..... 238

第三节 乙醇和甲酸的测定..... 240

一、乙醇的测定..... 240

二、甲酸的测定..... 242

附表 1 20℃时折射率与可溶性固形物换算表 244

附表 2 相当于氧化亚铜质量的葡萄糖、果糖、乳糖、转化糖质量表 246

附表 3 有机磷类农药检测参考数据 255

附表 4 有机氯和拟除虫菊酯类农药检测参考数据 257

参考文献..... 259

第一章 果品质量安全分析基础

第一节 基本概念和基本要求

一、几个基本概念

1. 称取

指用天平进行的称量操作，其精度要求用数值的有效数位表示，如“称取 20.0g……”指称量的精密度为 $\pm 0.1\text{g}$ ；“称取 20.00g……”指称量的精密度为 $\pm 0.01\text{g}$ 。

2. 准确称取

指用精密天平进行的称量操作，其精度为 $\pm 0.0001\text{g}$ 。

3. 恒量

指在规定的条件下，连续两次干燥或灼烧后称定的质量差异不超过规定的范围。

4. 量取

指用量筒或量杯取液体物质的操作，其精度要求用数值的有效数位表示。

5. 吸取

指用移液管、刻度吸管量取液体物质的操作。其精度要求用数值的有效数位表示。

6. 空白试验

指除不加样品外，采用完全相同的分析步骤、试剂及用量（滴定法中标准滴定液的用量除外），进行平行操作所得的结果。用于扣除样品中试剂本底和计算检验方法的检出限。

7. 液体的滴

指蒸馏水自标准滴管流下的一滴的量，在 20℃时，20 滴相当于 1.0mL。

二、仪器设备要求

1. 对玻璃量器的要求

所使用的滴定管、移液管、容量瓶、刻度吸管、比色管等玻璃量器均须按国家有关规定和规程进行校正。玻璃量器和玻璃器皿须彻底洗净后才能使用。

2. 对控温设备和测量仪器的要求

控温设备（如马弗炉、恒温干燥箱、恒温水浴锅等）和测量仪器（如天平、酸度计、温度计、分光光度计、色谱仪等），均须按国家有关规程进行测试和检定校正。

三、试剂要求

未注明其他要求的水均指蒸馏水或去离子水。未指明溶剂的溶液均指水溶液。未指明具体浓度的硫酸、硝酸、盐酸和氨水，均指市售试剂规格的浓度（表 1-1）。

表 1-1 常用市售酸碱的浓度

试剂名称	相对分子质量	含量/%	相对密度	浓度/(mol/L)
冰乙酸(CH_3COOH)	60.05	99.5	约 1.05	17
乙酸(CH_3COOH)	60.05	36	1.04	6.3
甲酸(HCOOH)	46.02	90	1.20	23
盐酸(HCl)	36.5	36~38	约 1.18	12
硝酸(HNO_3)	63.02	65~68	1.4	16
高氯酸(HClO_4)	100.5	70	1.67	12
磷酸(H_3PO_4)	98.0	85	1.70	15
硫酸(H_2SO_4)	98.1	96~98	约 1.84	18
氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	17.0	25~28	约 0.8~8	15

四、溶液配制要求

配制溶液时,所使用的试剂和溶剂的纯度应符合分析项目的要求。试剂用硬质玻璃瓶存放。一般碱液和金属溶液用聚乙烯瓶存放。需避光试剂贮于棕色瓶中。几种固体试剂的混合质量分数或液体试剂的混合体积分数可表示为(1+1)、(4+2+1)等。溶液的浓度可以质量分数或体积分数为基础给出,表示方法应是“质量(或体积)分数是0.75”或“质量(或体积)分数是75%”。质量分数或体积分数还能分别用5mg/kg或4.2mL/L这样的形式表示。溶液浓度可以质量、容量单位表示,可表示为克每升或其适当分倍数,如g/L、mg/mL等。如果溶液由另一种特定溶液稀释配制,可用“稀释 $V_1 \rightarrow V_2$ ”表示,即将体积为 V_1 的特定溶液以某种方式稀释,最终混合物的总体积为 V_2 ;也可用“稀释 V_1+V_2 ”表示,将体积为 V_1 的特定溶液加到体积为 V_2 的溶液中,如(1+1)、(2+5)等。

第二节 常用标准滴定溶液的配制与标定

一、盐酸标准滴定溶液

1. 配制

(1) 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=1\text{mol/L}$] 量取 90mL 盐酸,加适量水并稀释至 1000mL。

(2) 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=0.5\text{mol/L}$] 量取 45mL 盐酸,加适量水并稀释至 1000mL。

(3) 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$] 量取 9mL 盐酸,加适量水并稀释至 1000mL。

(4) 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=0.02\text{mol/L}$ 、 $c(\text{HCl})=0.01\text{mol/L}$] 临用前取盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$] 加水稀释制成。必要时重新标定浓度。

(5) 溴甲酚绿-甲基红混合指示液 量取 30mL 溴甲酚绿乙醇溶液 (2g/L),加入 20mL 甲基红乙醇溶液 (1g/L),混匀。

2. 标定

(1) 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=1\text{mol/L}$] 准确称取 1.5g 在 270~300℃干燥至恒量的基准无水碳酸钠,加 50mL 水使之溶解,加 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液,用本溶液

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。

(2) 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=0.5\text{mol/L}$] 准确称取约 0.8g 在 270~300℃ 干燥至恒量的基准无水碳酸钠，加 50mL 水使之溶解，加 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液，用本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。

(3) 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$] 准确称取约 0.15g 在 270~300℃ 干燥至恒量的基准无水碳酸钠，加 50mL 水使之溶解，加 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液，用本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。

(4) 空白试验 同时做试剂空白试验。

3. 计算

盐酸标准滴定溶液的浓度按式(1-1) 计算。

$$X = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 53} \quad (1-1)$$

式中 X ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——基准无水碳酸钠的质量，g；

V_1 ——盐酸标准滴定溶液用量，L；

V_2 ——试剂空白试验中盐酸标准滴定溶液用量，L；

53——1mol 盐酸 (HCl) 相当的基准无水碳酸钠的量，g/mol。

二、硫酸标准滴定溶液

1. 配制

(1) 硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{mol/L}$] 量取 30mL 硫酸，缓缓注入适量水中，冷却至室温后用水稀释至 1000mL，混匀。

(2) 硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5\text{mol/L}$] 量取 15mL 硫酸，缓缓注入适量水中，冷却至室温后用水稀释至 1000mL，混匀。

(3) 硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1\text{mol/L}$] 量取 3mL 硫酸，缓缓注入适量水中，冷却至室温后用水稀释至 1000mL，混匀。

2. 标定

(1) 硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{mol/L}$] 按盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=1\text{mol/L}$] 的标定操作。

(2) 硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5\text{mol/L}$] 按盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=0.5\text{mol/L}$] 的标定操作。

(3) 硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1\text{mol/L}$] 按盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$] 的标定操作。

3. 计算

硫酸标准滴定溶液的浓度按式(1-2) 计算。

$$X = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 53} \quad (1-2)$$

式中 X ——硫酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——基准无水碳酸钠的质量, g;

V_1 ——硫酸标准滴定溶液用量, L;

V_2 ——试剂空白试验中硫酸标准滴定溶液用量, L;

53——1mol 硫酸 ($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$) 相当的基准无水碳酸钠的量, g/mol。

三、氢氧化钠标准滴定溶液

1. 配制

(1) 氢氧化钠饱和溶液 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) 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1\text{mol/L}$] 吸取 56mL 澄清的饱和氢氧化钠溶液, 加适量新煮沸过的冷水至 1000mL, 摇匀。

(3) 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.5\text{mol/L}$] 吸取 28mL 澄清的饱和氢氧化钠溶液, 加适量新煮沸过的冷水至 1000mL, 摇匀。

(4) 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$] 吸取 5.6mL 澄清的饱和氢氧化钠溶液, 加适量新煮沸过的冷水至 1000mL, 摇匀。

(5) 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.02\text{mol/L}$ 、 $c(\text{NaOH})=0.01\text{mol/L}$] 临用前取氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$], 加新煮沸过的冷水稀释制成。必要时用盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=0.02\text{mol/L}$ 、 $c(\text{HCl})=0.01\text{mol/L}$] 标定浓度。

(6) 酚酞指示液 称取酚酞 1g, 用乙醇溶解定容至 100mL。

2. 标定

(1) 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1\text{mol/L}$] 准确称取约 6g 在 105~110℃干燥至恒量的基准邻苯二甲酸氢钾, 加 80mL 新煮沸过的冷水, 使之尽量溶解, 加 2 滴酚酞指示液, 用本溶液滴定至溶液呈粉红色, 0.5min 不褪色。

(2) 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.5\text{mol/L}$] 准确称取约 3g 在 105~110℃干燥至恒量的基准邻苯二甲酸氢钾, 加 80mL 新煮沸过的冷水, 使之尽量溶解, 加 2 滴酚酞指示液, 用本溶液滴定至溶液呈粉红色, 0.5min 不褪色。

(3) 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$] 准确称取约 0.6g 在 105~110℃干燥至恒量的基准邻苯二甲酸氢钾, 加 80mL 新煮沸过的冷水, 使之尽量溶解, 加 2 滴酚酞指示液, 用本溶液滴定至溶液呈粉红色, 0.5min 不褪色。

(4) 空白试验 同时做试剂空白试验。

3. 计算

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度按式(1-3) 计算。

$$X = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 204.2} \quad (1-3)$$

式中 X ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——基准邻苯二甲酸氢钾的质量, g;

V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液用量, L;

V_2 ——试剂空白试验中氢氧化钠标准滴定溶液用量, L;

204.2——1mol 氢氧化钠 (NaOH) 相当的基准邻苯二甲酸氢钾的量, g/mol。

四、氢氧化钾标准滴定溶液

1. 配制

氢氧化钾标准滴定溶液 [$c(\text{KOH})=0.1\text{mol/L}$]：称取 6g 氢氧化钾，加入新煮沸过的冷水溶解，并稀释至 1000mL，混匀。

2. 标定

按氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$] 的标定操作。同时做试剂空白试验。

3. 计算

氢氧化钾标准滴定溶液的浓度按式(1-4) 计算。

$$X = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 204.2} \quad (1-4)$$

式中 X ——氢氧化钾标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——基准邻苯二甲酸氢钾的质量，g；

V_1 ——氢氧化钾标准滴定溶液用量，L；

V_2 ——试剂空白试验中氢氧化钾标准滴定溶液用量，L；

204.2——1mol 氢氧化钾 (KOH) 相当的基准邻苯二甲酸氢钾的量，g/mol。

五、高锰酸钾标准滴定溶液

1. 配制

(1) 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1\text{mol/L}$] 称取 3.3g 高锰酸钾，加 1000mL 水，煮沸 15min。加塞静置 2d 以上，用垂融漏斗过滤，置于具玻璃塞的棕色瓶中密塞保存。

(2) 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4)=0.01\text{mol/L}$] 临用前取高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1\text{mol/L}$] 稀释制成，必要时重新标定浓度。

2. 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1\text{mol/L}$] 的标定

准确称取约 0.2g 在 110℃ 干燥至恒量的基准草酸钠，加入 250mL 新煮沸过的冷水、10mL 硫酸，搅拌使之溶解。迅速加入约 25mL 高锰酸钾溶液，待褪色后，加热至 65℃，继续用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈微红色，保持 0.5min 不褪色。在滴定终了时，溶液温度应不低于 55℃。同时做试剂空白试验。

3. 计算

高锰酸钾标准滴定溶液的浓度按式(1-5) 计算。

$$X = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 67} \quad (1-5)$$

式中 X ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——基准草酸钠的质量，g；

V_1 ——高锰酸钾标准滴定溶液用量，L；

V_2 ——试剂空白试验中高锰酸钾标准滴定溶液用量，L；

67——1mol 高锰酸钾 ($1/5\text{KMnO}_4$) 相当的基准草酸钠的量，g/mol。

六、硝酸银标准滴定溶液

1. 配制

(1) 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{mol/L}$]

① 配制 1000mL 称取 17.5g 硝酸银，加入适量水使之溶解，并稀释至 1000mL，混匀、避光保存。

② 配制 250mL 需用少量硝酸银标准滴定溶液时，可准确称取 4.3g 在硫酸干燥器中干燥至恒量的硝酸银（优级纯），加水使之溶解，移至 250mL 容量瓶中，并稀释至刻度，混匀，避光保存。该标准滴定溶液不需标定。

(2) 硝酸银标准滴定溶液 $[c(\text{AgNO}_3)=0.02\text{mol/L}、c(\text{AgNO}_3)=0.01\text{mol/L}]$ 临用前取硝酸银标准滴定溶液 $[c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{mol/L}]$ 稀释制成。

(3) 淀粉指示液 称取 0.5g 可溶性淀粉，加入约 5mL 水，搅匀后缓缓倾入 100mL 沸水中，随加随搅拌，煮沸 2min，放冷，备用。此指示液应临用时配制。

(4) 荧光黄指示液 称取 0.5g 荧光黄，用乙醇溶解并稀释至 100mL。

2. 标定

准确称取约 0.2g 在 270℃ 干燥至恒量的基准氯化钠，加入 50mL 水使之溶解。加入 5mL 淀粉指示液，边摇动边用硝酸银标准滴定溶液避光滴定，近终点时，加入 3 滴荧光黄指示液，继续滴定混浊液由黄色变为粉红色。

3. 计算

(1) 配制的 1000mL 硝酸银标准滴定溶液 $[c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{mol/L}]$ 其浓度按式(1-6)计算。

$$X = \frac{m}{V \times 58.44} \quad (1-6)$$

式中 X ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——基准氯化钠的质量，g；

V ——硝酸银标准滴定溶液用量，L；

58.44——1mol 硝酸银 (AgNO_3) 相当的基准氯化钠的量，g/mol。

(2) 配制的 250mL 硝酸银标准滴定溶液 $[c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{mol/L}]$ 其浓度按式(1-7)计算。

$$X = \frac{m}{V \times 169.9} \quad (1-7)$$

式中 X ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——硝酸银（优级纯）的质量，g；

V ——配制成的硝酸银标准滴定溶液的体积，L；

169.9——硝酸银 (AgNO_3) 的摩尔质量，g/mol。

七、硫代硫酸钠标准滴定溶液

1. 配制

(1) 硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=0.100\text{mol/L}]$ 称取 26g 硫代硫酸钠及 0.2g 碳酸钠，加入适量新煮沸过的冷水使之溶解，并稀释至 1000mL，混匀，放置一个月后过滤备用。

(2) 硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=0.02\text{mol/L}、c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=0.01\text{mol/L}]$ 临用前取硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=0.1\text{mol/L}]$ ，加新煮沸过的冷水稀释制成。