

# 电位滴定法检测牛奶中的蔗糖含量

## 1 前言

牛奶是一种常见的天然饮料，含有丰富的矿物质、钙、磷、铁、锌、铜、锰、钼。最难得的是，牛奶是人体钙的最佳来源，而且钙磷比例非常适当，利于钙的吸收。蔗糖是一种混合物，是常见的食品添加剂之一，已有几千年的历史。适当食用蔗糖有助于提高机体对钙的吸收，但过多就会妨碍钙的吸收；并且蔗糖有高热量，摄取过量容易引起肥胖。为了我们的自身健康，测定牛奶中的蔗糖含量是十分重要的。蔗糖含量测定的常用方法是颜色判定法，本文参照国标中的酸水解-茱茵-埃农式法，用电位滴定仪进行测试，结果重复性良好，为蔗糖的测定提供了新的方法依据。

## 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，

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(200g/L)，葡萄糖标准溶液(1.0mg/mL)

## 3 实验方法

### 3.1 实验步骤

(1) 样品前处理

称取牛奶 25g，(精确至 0.001g)，移置 250mL 容量瓶中，加 50mL 水，缓慢加入乙酸锌溶液 5mL 和亚铁氰化钾溶液 5mL，加水至刻度，混匀，静置 30min，用干燥滤纸过滤，弃去初滤液，取后续滤液备用。

#### (2) 样品酸水解

吸取 2 份试样各 50mL，分别置于 100mL 容量瓶中。转化前：一份用水稀释至 100mL；转化后：另一份加盐酸 (1+1) 5mL，在 68°C~70°C 水浴中加热 15min，冷却后加甲基红指示液 2 滴，用 200g/L 氢氧化钠溶液中和至中性，加水至刻度。

#### (3) 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 9mL，将电陶炉设为内环火 500°C，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 10 mL(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)。

#### (4) 试样溶液预测滴定

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°C，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。

#### (5) 试样溶液精确滴定

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，从滴定管中放出 (转化前或转化后样液) 适量样液 (比预测滴定的体积少 1mL)，将电陶炉设为内环火 500°C，控制在 2min 内加热至沸，选择“等量滴定”模式，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 3 份，得出平均消耗体积。

### 3.2 参数设置

滴定模式：	等量滴定	搅拌速度：	1
电极平衡时间：	2s	预搅拌时间：	5s
电极平衡电位：	1.5mv	补液速度：	5
最小添加体积：	0.05mL	预滴定添加体积：	9mL
结束体积：	10mL	预滴定后搅拌时间：	5s
电位突跃量：	160	预控 mv 值：	-320mv

### 3.3 计算公式

转化糖含量：

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

式中：

X --试样中转化糖的含量，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；

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)。

蔗糖含量：

$$X = (R_2 - R_1) \times 0.95$$

式中：

X --试样中蔗糖的质量分数，单位为克每百克(g/100g)；

$R_2$ --转化后转化糖的质量分数，单位为克每百克(g/100g)；

$R_1$ --转化前转化糖的质量分数，单位克每百克(g/100g)；

0.95--转化糖（以葡萄糖计）换算为蔗糖的系数。

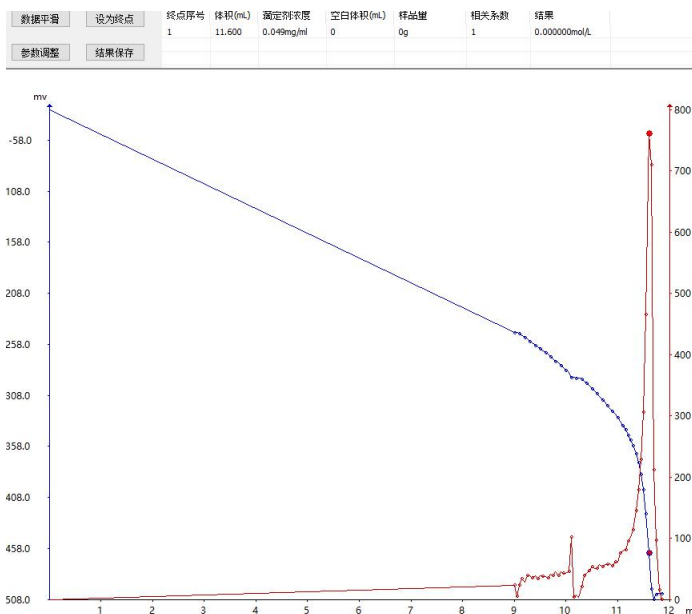
## 4 结果与讨论

### 4.1 实验结果

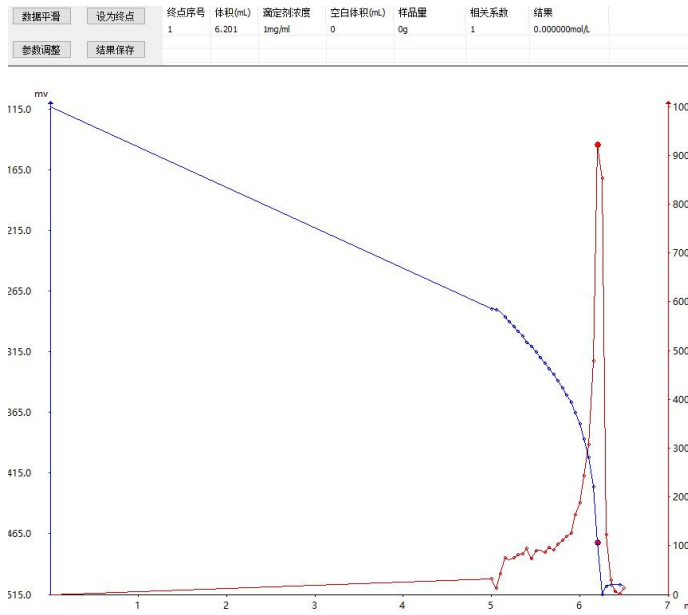
编号	样液	滴定体积 ( mL )	转化糖含量 ( g/100g )	平均含量 ( mg )	蔗糖含量 ( g/100g )
1	转化前	6.201	37.25	37.45	2.02
2		6.101	37.86		
3		6.201	37.25		
4	转化后	5.851	39.47	39.58	
5		5.851	39.47		
6		5.951	39.81		

### 4.2 谱图

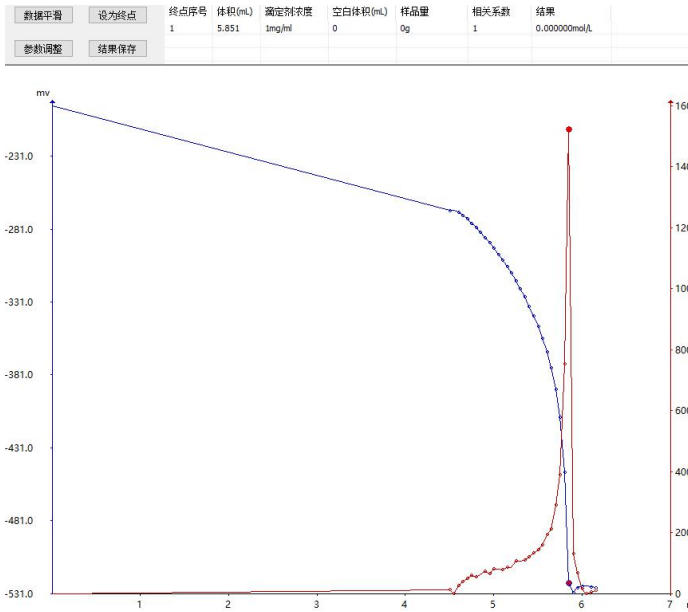
#### ( 1 ) 标定碱性酒石酸铜



### (2) 牛奶-转化前



### (3) 牛奶-转化后



### 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10%，根据实验数据得知，电位滴定仪测定牛奶中的蔗糖含量结果满足国标要求，重复性好；仪器自动判断终点，避免了颜色判断人为误差，结果更准确。

## 参考文献

[1]GB/T 5009.8-2016 食品安全国家标准 食品中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖的测定[S].

## 注意事项

### 1、样品前处理

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，将带有搅拌桨、进样管和铂复合电极的手动操作台从滑杆上拿出并扣在滴定杯上，建立并选择“手动模式”方法，滴加 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、试样溶液测定

(1) 预测时仪器方法选择“动态滴定”，参数除滴定速度选择“极快”外同 3.2 一致。

(2) 根据预测样品消耗滴定液体积，设置预添加体积比预测消耗的体积少于 1mL 的试样溶液，采用“等量滴定”模式进行测试。

### 4、加热功率

建议在样品溶液沸腾几秒后，将电炉功率调至 350mv 保证样品溶液处于沸腾状态，防止溶液起泡上冲。

### 5、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；
- 6) 氢氧化钠溶液(200g/L)：称取氢氧化钠20g，加水溶解后，放冷，并定容至100mL；
- 7) 葡萄糖标准溶液(1.0mg/mL)：准确称取经过98°C~100°C烘箱中干燥2h 后的葡萄糖0.5g，加水溶解后加入盐酸溶液2.5mL，并用水定容至500mL。此溶液每毫升相当于1.0mg 葡萄糖。