

糖果还原糖的测定 (高锰酸钾滴定法) (P175)

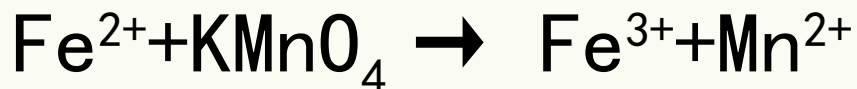
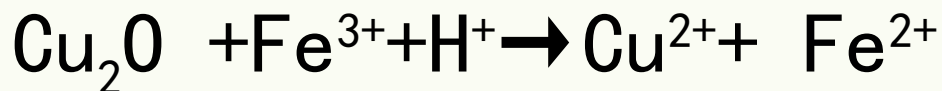
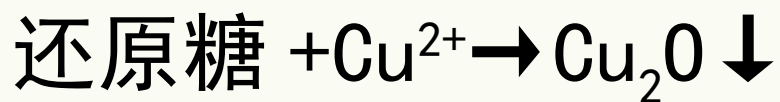


食品中的可溶性糖的测定

食品中可溶性糖类通常是指葡萄糖、果糖等游离单糖及蔗糖等低聚糖。一般须将样品磨碎、浸渍成溶液（提取液），经过滤后再测定。



还原糖的测定——高锰酸钾法（费林试液法）

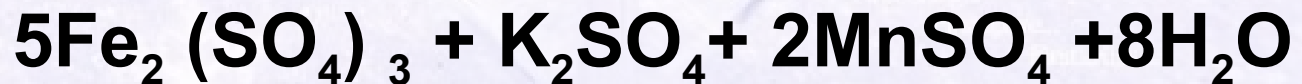
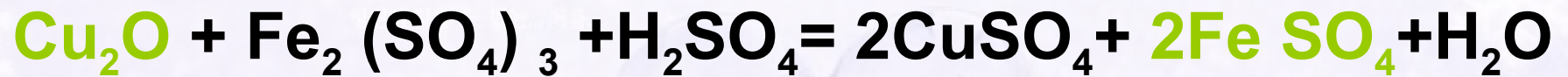


其过程：提取液的制备→氧化→过滤→
溶解→滴定→空白试验→计算。

（计算得... 量... 还原糖量）



反应式



一、实验原理

◆ 高锰酸钾滴定法

将样液与一定量过量的碱性酒石酸铜溶液反应，还原糖将二价铜还原为氧化亚铜，经过滤，得到氧化亚铜沉淀，加入过量的酸性硫酸铁溶液将其氧化溶解，而三价铁盐被定量地还原为亚铁盐，用高锰酸钾标准溶液滴定所生成的亚铁盐，根据高锰酸钾溶液消耗量可计算出氧化亚铜的量，再从检索表中查出氧化亚铜量相当的还原糖量，即可计算出样品中还原糖含量。



二、实验试剂

- ◆ 碱性酒石酸铜甲液：称取 34.639g 硫酸铜（ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ），加适量水溶解，加入 0.5mL 盐酸，加水稀释至 500 mL，用精制石棉过滤。
- ◆ 碱性酒石酸铜乙液：称取 173g 酒石酸钾钠与 50g 氢氧化钠，加适量水溶解，并稀释至 500mL，用精制石棉过滤，贮存于橡胶塞玻璃瓶内。



二、实验试剂

- ◆ 精制石棉：取石棉先用 3mol/L 盐酸浸泡 $2 \sim 3\text{h}$ ，用水洗净，再用 100g/L 氢氧化钠浸泡 $2 \sim 3\text{h}$ ，倾去溶液，再用碱性酒石酸铜乙液浸泡数小时，用水洗净，再用 3mol/L 盐酸浸泡数小时，用水洗至不呈酸性，加水振荡，使之成为微细的浆状软纤维，用水浸泡并贮存于玻璃瓶中，即可用于填充古氏坩埚。



二、实验试剂

- ◆ 高锰酸钾标准溶液： 0.1mol/L 。
- ◆ 氢氧化钠溶液： 1mol/L 。
- ◆ 酸性硫酸铁溶液：称取 50g 硫酸铁，加入 200mL 水溶解后，慢慢加入 100mL 硫酸，冷却后加水稀释至 1000mL 。
- ◆ 盐酸： 3mol/L 。



三、实验仪器

- ◆ 25mL 古氏坩埚或 G4 垂融坩埚
- ◆ 真空泵或水泵。



四、实验步骤

1、0.02mol/L 高锰酸钾标准溶液

标定：精确称取 150–200°C 干燥 1–1.5 小时的基准草酸钠约 0.2g，溶于 50mL 水中，加 80mL 硫酸，用配制的高锰酸钾溶液滴定，接近终点时加热至 70°C，继续滴定至溶液呈粉红色 30 秒不褪为止。同时作空白试验。



四、实验步骤

◆ 2、样品处理

先将硬果糖经研磨粉碎；软糖用刀切碎，混匀备用。称取 2.50~5.00g 样品，置于 250mL 容量瓶中，加 50mL 水，摇匀后加 10mL 碱性酒石酸铜甲液和 4mL 的 40g/L 氢氧化钠溶液，加水至刻度，混匀。静置 30min，用干燥滤纸过滤，弃取初滤液，滤液供分析检测用。



◆ 3 、 测定

吸取 50mL 处理后的样品溶液，于 400mL 烧杯内，加入碱性酒石酸铜甲液、乙液各 25mL 。于烧杯上盖一表面皿，加热，控制在 4min 内沸腾，再准确加热 2min ，趁热用铺好石棉的古氏坩埚或 G 垂融坩埚抽滤，并用 60℃ 热水洗涤烧杯及沉淀，至洗液不呈碱性为止。



- ◆ 将古氏坩埚或垂融坩埚放回原 400mL 烧杯中，加 25mL 酸性硫酸铁溶液及 25mL 水，用玻棒搅拌使氧化亚铜完全溶解，用 0.1000mol/L ($1/5\text{KmnO}_4$) 溶液滴定至微红色为终点。吸取 50mL 水代替样品溶液，在同样条件下做空白试验。



五、结果计算

1、0.02mol/L 高锰酸钾标准溶液标定计算：
：

$$c = \frac{m \times 1000}{(V - V_0) \times 134} \times \frac{2}{5}$$

式中：m----- 草酸质量， g；

V----- 标定时消耗高锰酸钾溶液的体积， mL；

V_0 ----- 空白消耗高锰酸钾溶液的体积， mL；

c----- 高锰酸钾标准溶液的浓度， mol/L；

134----- 草酸钠的摩尔质量， g/mol



五、结果计算

2、根据滴定所消耗高锰酸钾的体积，计算相当于样品中还原糖的氧化亚铜量。

$$W = (V - V_0)c \times 71.54$$

式中：c：高锰酸钾标准溶液的浓度，mol/L；

V：测定用样液消耗高锰酸钾标准溶液体积，ml；

V_0 ：试剂空白消耗高锰酸钾标准溶液体积，ml；

71.54：1mL 高锰酸钾标准溶液

$[c(1/5\text{KMnO}_4)=1.000\text{mol/L}]$ 相当于氧化亚铜的摩尔质量，mg/mmol；

W：样品中还原糖质量相当于氧化亚铜的质量，mg。



五、结果计算

3、根据上式计算所得的氧化亚铜质量，查附录六再计算样品中还原糖的含量。

$$X = \frac{A}{m \frac{V_2}{V_1} \times 1000} \times 100$$

式中，X：还原糖的含量，g/100g 或 g/100mL；

A：查表得的还原糖质量，mg；

m：样品质量或体积，g 或 mL；

V1：样品处理液总体积，mL；

V2：测定用样品溶液体积，mL。

计算结果保留三位有效数字。



六、精密度

- ◆ 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值，不应超过平均值的 5 %，所得结果应保留两位小数。



◆ 非还原糖的测定：

非还原糖 → 还原糖
(水解)

测定还原糖 (Cu_2O 量查表) → 非还原糖量

。

◆ 总糖 = 还原糖量 + 非还原糖量

