

## 电位滴定应用报告 AB-CN(CD)-00010-07-905-032014

## 电位滴定法测定味精和鸡精中谷氨酸钠的含量

### 应用领域

食品

### 关键词

电位滴定法；905；邻苯二甲酸氢钾；NaOH；谷氨酸钠；味精；鸡精

### 摘要

采用电位滴定法，用邻苯二甲酸氢钾标定 NaOH，用 NaOH 测定味精和鸡精中谷氨酸钠的含量

### 样品

味精呈白色细微颗粒状，鸡精呈淡黄色颗粒状，易溶于水

### 仪器



905 Titrande	5.905.0022
800 Dosino	05267
801 Stirrer	55183
Sartorius	BS 210S
pH水相电极	6.0262.100

### 试剂

邻苯二甲酸氢钾	基准试剂
---------	------

NaOH	优级纯
超纯水	Milli-Q
pH4、7、9 缓冲液	Metrohm

### 溶液

滴定剂	约 0.05 mol/L NaOH
-----	-------------------

采用 Milli-Q 超纯水配制以上溶液。

### 样品分析

#### 准备工作

1. 将邻苯二甲酸氢钾放入称量瓶中，置于 105°C 烘箱中烘 4 小时，冷却并存放于干燥器中；
2. 配制 0.05 mol/L NaOH。

#### NaOH 浓度的标定

1. 空白测定：量取 100 mL 超纯水，选用 MET U 模式开始滴定，平行测试两次；
2. NaOH 标定：精确称取烘干冷却后的邻苯二甲酸氢钾，加入 100 mL 超纯水，溶解后选用 DET U 模式开始滴定，平行测试三次。

#### 电极校正

采用 Metrohm pH 7.0、4.0、9.0 的缓冲溶液校正 262 pH 水相电极。

#### 谷氨酸钠含量的测定

1. 空白测定：烧杯中加入 85 mL 超纯水，选用 SET pH 模式用 NaOH 滴定至 pH=8.2，加入 10 mL 甲醛溶液，继续滴定至 pH=9.6，平行测试三次；
2. 样品测试：精密称取鸡精和味精样品，分别溶解后定容于 250 毫升容量瓶。每次测试分取 25 mL 于烧杯中，加入 85 mL 超纯水，选用 SET pH 模式用 NaOH 滴定至 pH=8.2，再加入 10 mL 甲醛溶液，继续滴定至 pH=9.6，平行测试三次。

#### 仪器参数

905 参数——谷氨酸钠含量测定

parameters	SET pH
>start conditions	
Initial measured value	
Signal drift	off
Min. waiting time	0s
Max. waiting time	1s

Start volume	
Start volume	0mL
Dosing rate	maximum ml/min
Pause	
Pause	0s
> titration parameters	
Titration rate	slow
Temperature	25.0 °C
> control parameters	
EP1 at pH	8.2
Control	
Dynamic pH	5.000
Maximum dosing rate	1.0 ml/min
Minimum dosing rate	5.00 µl/min
EP1 at pH	9.6
Control	
Dynamic pH	2.000
Maximum dosing rate	5 ml/min
Minimum dosing rate	10 µl/min
> Stop conditions	
Stop volume	30ml
Stop time	off
Filling rate	maximum ml/min

#### 计算公式：

##### ■ 氢氧化钠浓度的标定

$$C_{\text{NaOH}} = C00 \times \text{FCT} / (\text{EP1} - \text{EP}_{\text{blank}}) / 204.2212$$

$C_{\text{NaOH}}$ ：氢氧化钠的浓度，mol/L

$C00$ ：邻苯二甲酸氢钾的准确质量，g

FCT：Factor，乘数因子，在本实验中 FCT 值为 1000

EP1：滴定至第一个等当点消耗的滴定剂体积，mL

EP<sub>blank</sub>：滴定空白溶液消耗的滴定剂体积，mL

204.2212：邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量，g/mol

##### ■ 谷氨酸钠含量的测定

$$\omega = C_{\text{NaOH}} \times (\text{EP2} - \text{EP}_{\text{blank}}) \times 187 / C00$$

$\omega$ ：样品中谷氨酸钠的含量，%

EP2：滴定至第一个等当点消耗的滴定剂体积，mL

EP<sub>blank</sub>：滴定甲醛溶液消耗的滴定剂体积，mL

C00：样品的准确质量，g

187：一水合谷氨酸钠的摩尔质量，g/mol

#### 数据结果

##### 1 NaOH 浓度标定

	C00 (g)	EP1 (mL)	EP <sub>blank</sub> (mL)	C <sub>NaOH</sub> (mol/L)
1	0.0863	7.8494	0.0135	0.05393
2	0.1281	11.6974	0.0135	0.05369
3	0.1428	12.9948	0.0135	0.05387
Average				<b>0.05383</b>
RSD%				<b>0.23</b>

##### 2 电极校正

经校正 262 电极斜率为 98.5%，pH(0)=6.897。

##### 3 谷氨酸钠含量的测定

	C00 (g)	EP2 (mL)	EP <sub>blank</sub> (mL)	%
鸡精批号：2014030302				
1	2.0336	11.288	2.135	45.3069
2	2.0336	11.284	2.135	45.2871
3	2.0336	11.292	2.135	45.3267
Average				<b>45.31</b>
RSD%				<b>0.04</b>
鸡精批号：2014030303				
1	2.0487	11.336	2.135	45.2088
2	2.0487	11.338	2.135	45.2186
3	2.0487	11.320	2.135	45.1302
Average				<b>45.19</b>
RSD%				<b>0.11</b>
鸡精批号：2014030403				
1	2.544	13.322	2.135	44.9616
2	2.544	13.510	2.135	45.0091
3	2.544	13.524	2.135	45.0645
Average				<b>45.01</b>
RSD%				<b>0.11</b>
<b>味精</b>				
1	2.0323	21.678	2.135	96.7987
2	2.0323	21.704	2.135	96.9275
3	2.0323	21.692	2.135	96.8680
Average				<b>96.86</b>

RSD%				<b>0.07</b>
------	--	--	--	-------------

**结果讨论**

1. 由于甲醛空白值较大，对样品测定值影响较大，用移液管移取 10mL 甲醛，精密度大大提高；
2. 若按照客户要求称取样品约 2 克溶于 100mL，每次测试分取 10mL，发现鸡精样品溶液较粘稠，移液枪移取时易挂壁，故改为称取 2 克溶于 250mL，每次测试用移液管移取 25mL，有效提高精密度。

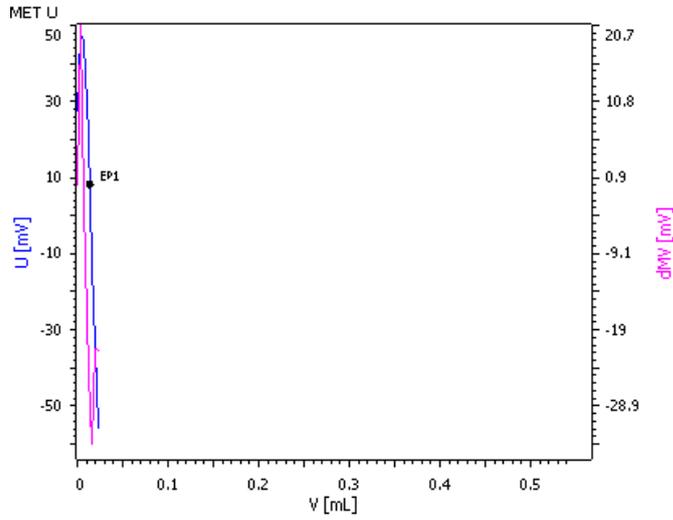
**报告人****岳寰****雷先荣****日期**

2014-03-26

## 附录

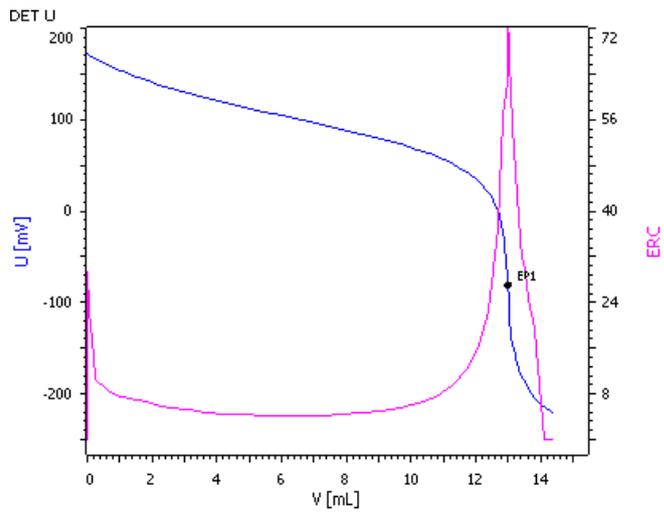
### 一、NaOH 标定

空白：

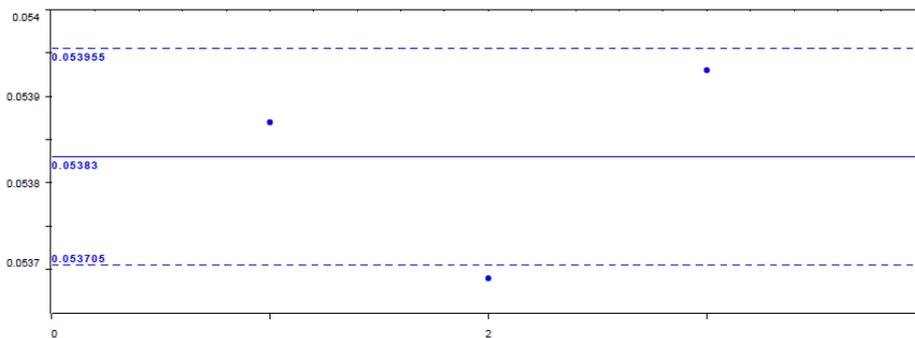


空白平行两次标定值均为 0.0135mL。

邻苯二甲酸氢钾标定 NaOH:



经标定，NaOH 浓度为 0.05383 mol/L；平行测试三次 RSD 如下图：



排序 测量开始, 下陷中  
1 = 2014-03-24 14:28:28 日期时间+8 3 = 2014-03-24 14:05:51 日期时间+8

平均值	0.05383 mol/L	最小量	0.05369 mol/L
s(绝对)	1.25E-4 mol/L	最大量	0.05393 mol/L
s(相对)	0.23 %	n	3

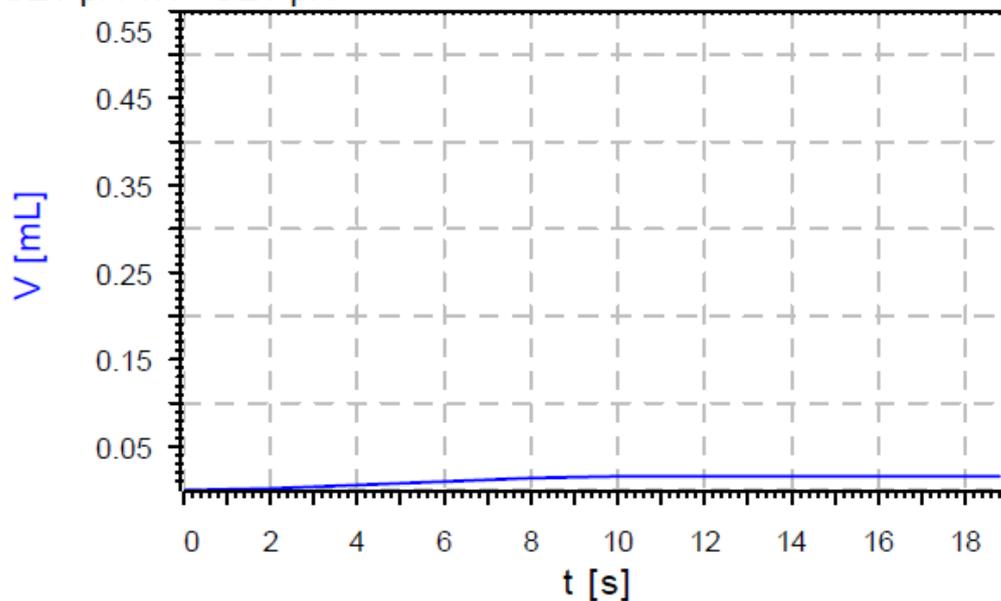
## 二、262 电极的校正

	pH	U [mV]	T [°C]	t [s]
缓冲液1	7.000	-5.9	25.0	20
缓冲液2	4.000	168.7	25.0	34
缓冲液3	9.000	-122.6	25.0	17

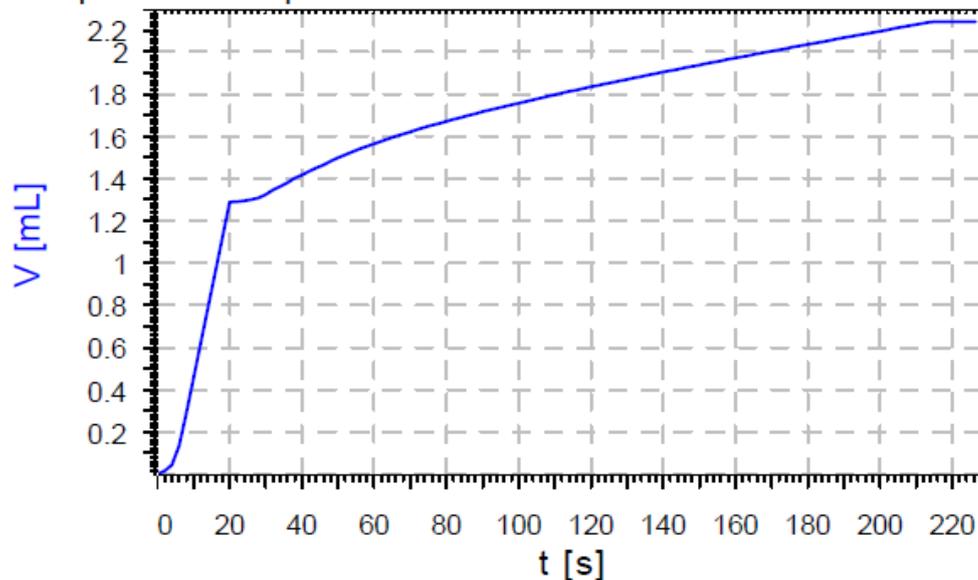
## 三、谷氨酸钠含量的测定

甲醛空白：

SET pH 1.1 - SET pH

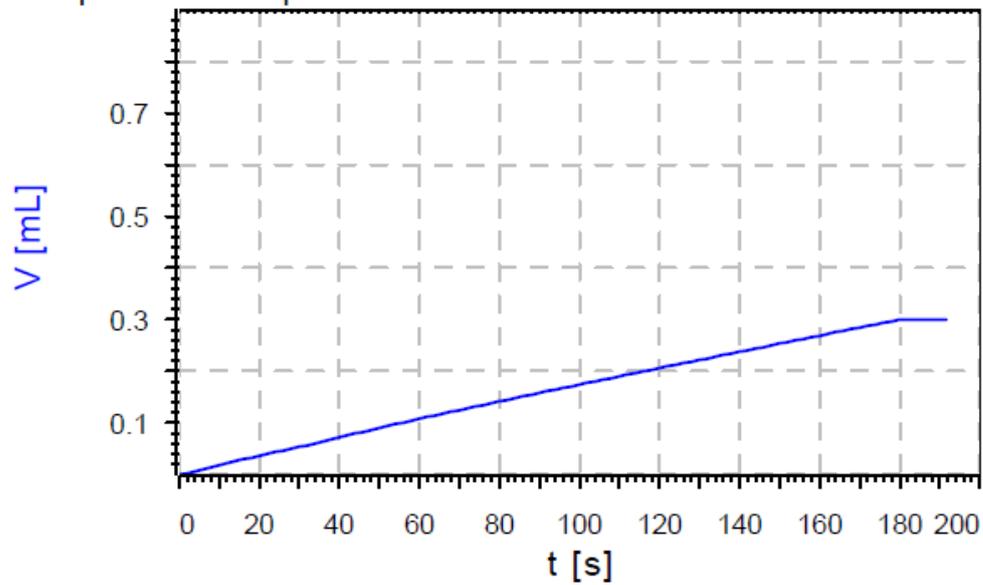


SET pH 7.1 - SET pH



谷氨酸钠测定：

SET pH 1.1 - SET pH



SET pH 7.1 - SET pH

