

滴定应用报告 BJ-00055-07-859-092012

温度滴定法测定酱油中的钠含量

应用领域

食品行业

关键词

859; 酱油; 钠

摘要

采用 859 温度滴定仪, 对酱油中的钠含量进行了测定。

样品

样品为市售酱油, 呈黑色液体。

仪器

859 Titrotherm	2.859.1010
804 Ti Stand	2.804.0010
800 Dosino	2.800.0010
配液单元 10 mL	6.3032.210
温度电极	6.9011.040

试剂

- $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$, AR
- KNO_3 , AR
- NH_4HF_2 , AR
- Na_2SO_4 , 优级

样品测定

将样品稀释 10 倍。

滴定剂标定: 在滴定杯中分别添加 1、1.5、2、2.5ml

硫酸钠溶液(0.4mol/l), 再加入 5ml NH_4HF_2 (300g/l) 和 40ml 蒸馏水, 混合液用 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3/\text{KNO}_3$ 滴至第一个终点。

Tiamo 软件会自动根据进样量和终点消耗滴定剂的体积作出一条线性方程。

空白测定: 通过滴定不同量的样品来确定的。所消耗的滴定剂体积作为 y 轴, 称样量作为 x 轴, 画一条直线。这条直线 y 轴的截距即为方法空白值。

样品测定: 准确量取 2ml 稀释后样品, 加入 5ml NH_4HF_2

(300g/l) 和 40ml 蒸馏水, 混合液用 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3/\text{KNO}_3$ 滴至第一个终点。

参数

859 Titrotherm
Parameters

>Method

TET

>Start condition

Start volume 0.5ml

Pause 30s

>Titration parameters

Dosing rate 4ml/min

Filter factor 50

Solution $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$

>Stop condition

Volume after EP 0.5ml

>Evaluation

Evaluation start 0.1ml

End points sort by peak height(descending)

EP criterion - 10

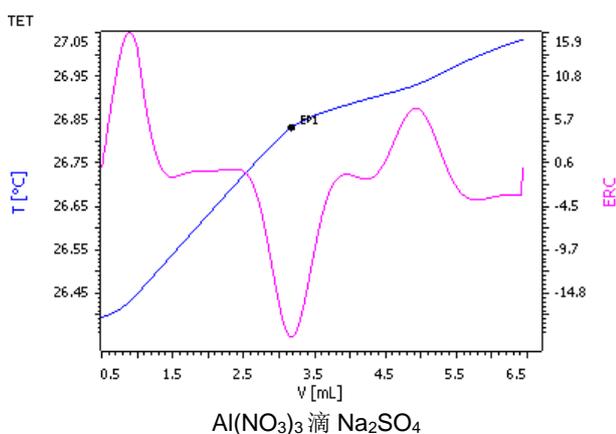
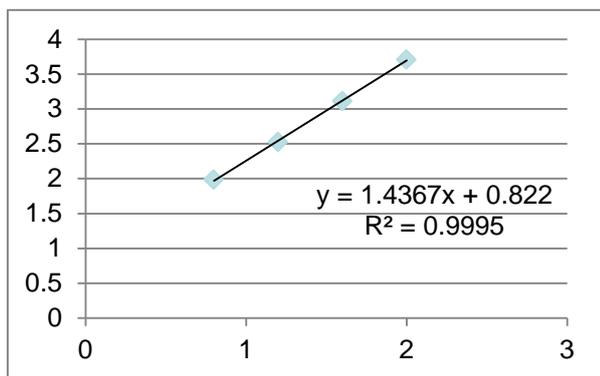
结果

1. 标定 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 浓度

$$N (\text{mmol}) = V_{\text{Na}_2\text{SO}_4} \times C_{\text{Na}_2\text{SO}_4} \times 2$$

$$C_{\text{Na}_2\text{SO}_4} = 0.4 \text{ mol/l}$$

$V_{\text{Na}_2\text{SO}_4}(\text{ml})$	y	x
	$V_{\text{Al}(\text{NO}_3)_3}(\text{ml})$	N (mmol)
1	1.9867	0.8
1.5	2.5267	1.2
2	3.1133	1.6
2.5	3.7067	2
$C=1/K=1/1.4367=0.696 \text{ mol/l}$		



2. 样品测定

$$\text{Na (g/l)} = \frac{(V_{EP1} - B) \times C_{\text{Al(NO}_3)_3} \times 22.9898}{V_{\text{样品}}}$$

$$\text{回收率 (\%)} = \frac{(V_{EP1} - B) \times C_{\text{Al(NO}_3)_3} / 1000 - \text{Na (g/l)} \times V_{\text{样品}} / 22.9898}{m_{\text{NaCl}} / 58.4428} \times 100$$

空白

x	y
V _{样品} (ml)	V Al(NO ₃) ₃ (ml)
1	1.4133
3	2.3267
5	3.3467
7	4.32

$y = 0.487x + 0.9037$

$B = 0.9037$

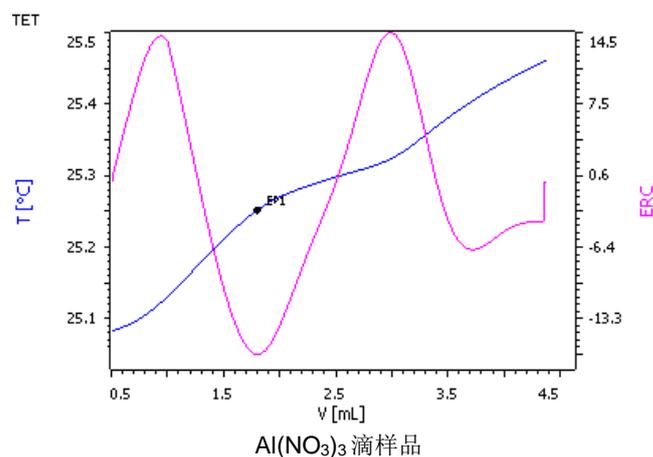
样品

V _{样品} (ml)	V _{EP1} (ml)	Na (g/l)
2	1.7933	71.23

2	1.8133	72.75
2	1.8000	71.68
Mean		71.89
RSD(%)		1.09

回收率

V _{样品} (ml)	m _{NaCl} (g)	V _{EP1} (ml)	回收率 (%)
2	0.1279	4.8600	97.37
2	0.1052	4.3000	96.73
2	0.1124	4.5133	98.25
Mean			97.45



日期

2012-09-19

报告人

杨秀丽

MetrohmChinaLtd

