

文章编号: 1006-6144(2002)06-0518-02

GB 及 ISO 中酸碱指示剂法测定食品中总酸的指示剂研究

王丽蓉¹ 黄秀菁²

(1. 厦门口岸药品检验所, 厦门, 361012; 2. 厦门大学化学化工学院, 厦门, 361005)

在实际分析检测工作中, 发现 GB 或 ISO 的酸碱滴定指示剂法, 以酚酞为指示剂无法克服样品底液颜色深或浊度大而干扰终点观察, 尤其是果汁饮料系列产品色彩缤纷, 终点观测不方便, 甚至无法观测, 实验重现性差, 严重影响测定结果的准确度与精密度。本文选择百里酚蓝为酸碱滴定指示剂, 可克服原法缺点与局限。应用于果汁饮料系列产品柠檬酸含量测定, 结果满意。

中图分类号: TS201.2;O656.34 文献标识码: B

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

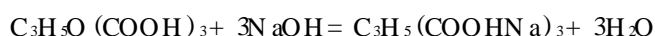
普通分析实验玻璃仪器。样品: 桔子粉, 菠萝粉, 酸梅粉, 桔子汽水, 鹭芳橙汁(均由厦门鹭芳饮料厂提供)。所用试剂均为分析纯, 水为二次蒸馏水。

1.2 实验方法

准确称取桔子粉样品适量(约相当于柠檬酸 0.5 g)于 250 mL 锥形瓶中, 加水至总体积约 75 mL, 充分溶解后, 加 0.1% (20% 的乙醇溶液)百里酚蓝指示剂 5 滴, 以 0.1000 mol/L NaOH 标准溶液滴定, 颜色变化由桔红色突变为暗红绿色, 记录用 0.1 mol/L NaOH 标准溶液体积, 同时作空白校正。

1.3 原理及方法建立

本法与原法的原理相同, 均为酸碱反应。其化学反应式为:



柠檬酸三级电离常数为: $K_1 = 7.4 \times 10^{-4}$; $K_2 = 1.7 \times 10^{-5}$; $K_3 = 4.0 \times 10^{-7}$, 由理论推导计算可得: 反应等当点 $pH = 9.46$, 终点观察范围 $pH = 8.9 \sim 9.7$ 。

2 结果与讨论

2.1 指示剂选择

2.1.1 适合酸碱滴定终点观察的指示剂

变色范围全部或一部分在滴定观察范围内的指示剂可作为滴定终点指示剂, 符合本实验终点观察的指示剂性质及变色范围见表 1。

2.1.2 样品底色干扰实验 选择底色最深的酸梅粉(枣红色)为样品, 以不同指示剂指示滴定终点。实验结果表明: 百里酚蓝及对-二甲苯酚蓝指示剂滴定终点颜色突变敏锐, 不受样品底液颜色干扰。因百里酚蓝为实验室常用指示剂, 可作为首选指示剂取代原法酚酞指示剂。

2.1.3 本法与原法比较

以不同底液颜色的果汁饮料系列产品为供试品, 分别以百里酚蓝与酚酞指示剂指示终点。实验结果表明: 百里酚蓝指示剂对不同底液颜色的样品, 均有敏锐的颜色变化。

收稿日期: 2000-12-14

通讯联系人: 王丽蓉

Table 1 Property and color-changing range of indicators

| Indicator | Property | Color | | pH (25 °C) Color-changing range pH (25 °C) |
|-------------------|----------|------------|------------|--|
| | | Acid color | Base color | |
| Thymol blue | Acidity | Yellow | Blue | 8.0~9.6 |
| Phenolphthalein | Acidity | Colorless | Mauve | 8.0~10.0 |
| Phenolphthalein | Acidity | Colorless | Blue | 9.0~10.2 |
| p-Xylenol blue | Acidity | Yellow | Blue | 8.0~9.6 |
| o-Cresolphthalein | Acidity | Colorless | Red | 8.2~9.8 |
| 1-Naphtholbenzine | Acidity | Yellow | Green | 8.5~9.8 |

2.2 精密度与回收率

以纯品柠檬酸为供试品,按1.2实验方法操作,11次测得柠檬酸含量结果平均值为98.23%,相对标准偏差RSD=0.023%。用已知含量桔子粉为基底,进行加入回收试验,五次加标测定的平均回收率为99.97%。结果表明,方法基本无干扰。

2.3 对照实验

本法与原法(以GB 12456-90食品中总酸测定为例)对照,以底液颜色干扰较小的菠萝粉为样品。实验结果表明:本法与GB法结果相符。

2.4 样品分析

应用本法,对色泽缤纷的果汁饮料系列产品柠檬酸含量分析结果见表2。

Table 2 Analytical results of citric acid content

| Samples | No. | Found (%) | | | | | Average (%) | RSD (%) |
|-----------|-----|-----------|-------|-------|-------|-------|-------------|---------|
| Orange | 1 | 0.962 | 0.964 | 0.962 | 0.963 | 0.963 | 0.963 | 0.087 |
| powder | 2 | 0.932 | 0.933 | 0.932 | 0.931 | 0.932 | 0.932 | 0.076 |
| Plum | 1 | 1.989 | 1.990 | 1.991 | 1.989 | 1.990 | 1.990 | 0.087 |
| powder | 2 | 2.005 | 2.004 | 2.005 | 2.005 | 2.005 | 2.005 | 0.022 |
| Pineapple | 1 | 0.548 | 0.549 | 0.547 | 0.547 | 0.548 | 0.548 | 0.16 |
| powder | 2 | 0.557 | 0.556 | 0.557 | 0.558 | 0.557 | 0.557 | 0.13 |

本文得到陈曦教授及顾以振主任药师的审阅,特此致谢!

Indicator Study on Acid-base Titrimetric Determination of Total Acid in Food Among GB and ISO Method

WANG Li-rong^{1*}, HUANG Xiu-jing²

(1. Xiamen Port Institute for Drug Control, Xiamen, 361012; 2. College of Chemistry and Chemical Engineering, Xiamen University, Xiamen, 361005)