

自动电位滴定与手工滴定测定酱油中总酸和氨基酸态氮的比较

冯雅勤

(梧州市食品药品检验所, 广西 梧州 543000)

摘要:本文用瑞士万通公司 905 型自动电位滴定仪测定酱油中的总酸、氨基酸态氮, 与国标 GB/T 5009.39—2003 中 4.4 总酸、GB 5009.235—2016 中第一法手工滴定方法测定酱油中氨基酸态氮的结果作比较, 二者结果具有一致性, 且自动电位滴定法具有操作简便、速度快、平行样精密度高等优势。

关键词:自动电位滴定仪; 酱油; 总酸; 氨基酸态氮

中图分类号: R331

文献标识码: A

文章编号: 1004-7344(2021)04-0277-02

0 引言

氨基酸态氮是判定酱油、酱等的特性指标, 它与酿造所使用的原料、发酵工艺、操作技术、兑水比例有关, 氨基酸态氮含量越高, 酱油品质就越好, 味更鲜。寻找一种简单、快速、准确的方法测定酱油中的氨基酸态氮尤为重要。目前国家标准 (GB 5009.235—2016) 规定酱油、酱的氨基酸态氮测定方法是 pH 计手工滴定和紫外测定法, 手工滴定操作比较烦琐、耗时较长、滴定终点不好控制。用自动电位滴定仪则可以自动测定酱油、酱的总酸、氨基酸态氮, 且操作简便快速, 本文将自动滴定与手工滴定的数据进行比较分析。

1 实验方法

1.1 仪器及材料

(1) 酸度计: SevenCompact 多参数测试仪 S210 (加磁力搅拌器)。

(2) 全自动电位滴定仪: 瑞士万通 905; pH 水相电极 6.0262.100 (pH0-13/0-80℃, 3MKCl)。

(3) 10mL 微量滴定管。

1.2 试剂

(1) 甲醛 (36%~38%): 应不含有聚合物。

(2) 氢氧化钠标准滴定溶液 [c(NaOH)=0.05015mol/L]。

1.3 测定

1.3.1 手工滴定步骤

精密吸取 5.0mL 混匀样品, 移入 100mL 容量瓶, 加水定容至刻度, 混匀, 精密吸取 20.0mL 置于烧杯中, 加入 60mL 水, 磁力搅拌器边搅拌边用氢氧化钠标准溶液滴定, 至多参数测试仪显示 pH 为 8.2, 消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积可计算总酸含量。

加入 10.0mL 甲醛溶液, 混匀。再继续滴定至多参数测试仪显示 pH 为 9.2, 消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积计算氨基酸态氮含量。同时取 80mL 水同法操作做试剂空白试验。

1.3.2 自动电位滴定步骤

氨基酸态氮空白方法设置: SET pH 模式; 滴定速度“用户”; 动态范围 pH0.05; 最大加液速度第一步 0.05mL/min, 第二步 0.3mL/min; 最小加液速度 25.00μL/min; 停止漂移 20μL/min。

氨基酸态氮方法设置: SET pH 模式; 等当点 1 第一步 pH8.20, 第二步 pH9.20; 滴定速度“最优”; 停止漂移 20μL/min。

精密吸取 5.0mL 混匀样品, 移入 100mL 容量瓶, 加水定容至刻度, 混匀, 精密吸取 20.0mL 置于烧杯中, 加入 60mL 水, 放置于万通 905 自动电位滴定仪上, 选用氨基酸态氮方法, 输入检品信息后按开始键, 仪器自动搅拌并用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至 pH 为 8.2 停止, 之后自动加入 10.0mL 甲醛溶液, 继续滴定至 pH 为 9.2 停止, 仪器自动记录数据并计算。同时取 80mL 水, 选择氨基酸态氮空白方法, 仪器自动测定试剂空白, 也可单独设定测定总酸的方法。

1.4 计算

$$\text{总酸含量(以乳酸计)} (\text{g}/100\text{mL}) = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.090}{5 \times 20/100} \times 100$$

$$\text{氨基酸态氮含量} (\text{g}/100\text{mL}) = \frac{(V_3 - V_4) \times c \times 0.014}{5 \times 20/100} \times 100$$

2 结果分析

用自动电位滴定仪与 GB 5009.235—2016 中第一法手工滴定对同一批酱油重复测六次总酸、氨基酸态氮, 二者结果具有一致性, 且自动电位滴定法具有操作更简便, 用时更短, 平行样重现性更好等优势。结果和部分图谱如表 1、图 1 所示。

表 1 自动电位滴定与手工滴定结果

序号	自动电位滴定				手工滴定			
	总酸滴定体积 V ₁ /mL	总酸 g/100mL	氨基酸态氮滴定体积 V ₂ /mL	氨基酸态氮 g/100mL	总酸滴定体积 V ₁ /mL	总酸 g/100mL	氨基酸态氮滴定体积 V ₂ /mL	氨基酸态氮 g/100mL
空白	V ₂ : 0.0490		V ₄ : 0.9940		V ₂ : 0.02		V ₄ : 0.95	
1	1.9320	0.8499	9.7440	0.614	1.85	0.8260	9.70	0.614
2	1.9240	0.8463	9.7620	0.616	1.90	0.8485	9.60	0.607
3	1.9240	0.8463	9.7620	0.616	1.85	0.8260	9.60	0.607
4	1.9380	0.8526	9.7940	0.618	1.88	0.8395	9.70	0.614
5	1.9300	0.8490	9.7640	0.616	1.90	0.8485	9.60	0.607
6	1.9300	0.8490	9.7400	0.614	1.90	0.8485	9.70	0.614
X		0.849		0.62		0.840		0.61
S		0.0024		0.0016		0.012		0.0039
RSD		0.28		0.25		1.32		0.63
用时		1.5min/个		3.5min/个		3min/个		7min/个

Sample data

ID1 5

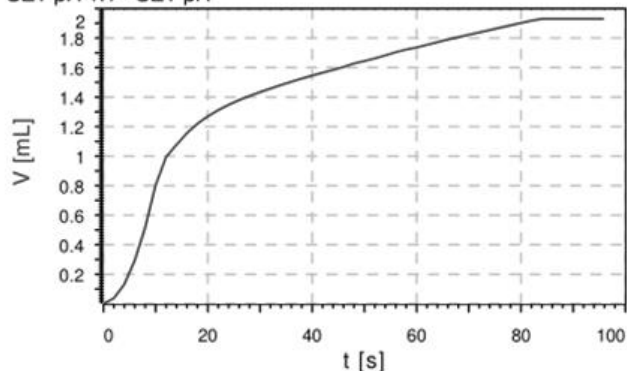
SET pH SET pH 1.1

EP1 1.9300 mL 95.78 s

SET pH SET pH 6.1

EP1 9.7640 mL 216.86 s

SET pH 1.1 - SET pH



SET pH 6.1 - SET pH

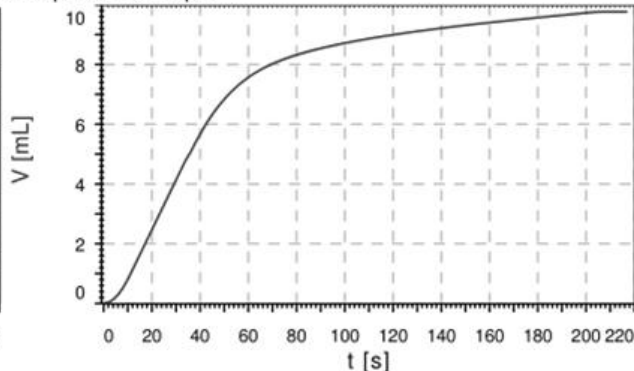


图 1 序号 5 样品自动电位滴定图谱

3 结论

从以上滴定结果看出,自动电位滴定仪法和 GB 5009.235—2016 中第一法手工滴定法测定总酸、氨基酸态氮,结果具有一致性,且自动电位滴定仪滴定体积可以准确到万分之一毫升,而手工滴定只能准确到百分之一毫升,因此,自动滴定仪精密度比手工滴定精密度更高,且自动电位滴定法具有操作简便,速度更快,重现性好等优势。采用自动电位滴定仪滴定,实验员只需要一次设定好测定条件、控制参数、公式等,以后可随时选用,输入检品编号,按开始即可。万通 905 型自动电位滴定仪可以连续测定大量样品,可以设定中间自动加试剂(如甲醛溶液),滴定过程可以选择动态电位,先快滴,接近滴定终点则慢慢滴,节省滴定时间,提高效率,是理化实验中代替手工滴定的一种好方法。

参考文献

[1] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. 食品安全国家标准食

品中氨基酸态氮的测定: GB 5009.235—2016[S].北京: 中国标准出版社, 2016.

[2] 中华人民共和国卫生部. 酱油卫生标准的分析方法: GB/T 5009.39—2003[S].

[3] 靳克林. 自动电位滴定法测定调味品中总酸和氨基酸态氮[J]. 河南预防医学杂志, 2004, 15 (4): 229-229, 236.

[4] 加雪梅. 自动电位滴定法测定酱油中总酸和氨基酸态氮[J]. 中国热带医学, 2006, 6 (10): 1862, 1869.

[5] 王伟. 自动电位滴定法与手动滴定法测定酱油中总酸和氨基酸态氮的比较[J]. 硅谷, 2008 (5): 80-81.

[6] 吴英良. 电位滴定法测定食品中总酸的含量万通电位滴定应用报告 [R].

收稿日期: 2020-12-10

作者简介: 冯雅勤(1985-), 女, 汉族, 广西梧州人, 工程师, 本科, 主要从事食品检测工作。