

卡尔费休容量法测定一水柠檬酸中水分的含量

周冲, 徐泽宇, 杜屿天, 姚龙, 周雄晨

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 250104)

摘要: 使用 T930 全自动水分测定仪测定一水柠檬酸中的水分含量, 重复多次试验, 测得一水柠檬酸中的水分含量为 8.9364%-8.99493%。试验结果表明: T930 全自动水分测定仪测定一水柠檬酸中的水分含量, 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 一水柠檬酸;水分

一水柠檬酸是一种有机化合物, 分子式为 $C_6H_{10}O_8$, 主要用于食品、饮料行业作为酸味剂、调味剂及防腐剂、保鲜剂。

GB 1886.235-2016 《食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬酸》中规定一水柠檬酸的水分含量需在 7.5%~9.0%范围内。水分测定方法为 GB 5009.3 卡尔·费休法。

1 基本信息

1.1 样品信息

一水柠檬酸

1.2 测试项目

水分

1.3 测试设备及试剂

前处理设备: 无。

仪器: T930 全自动水分测定仪

经检定合格的实际分度值为 0.1 mg 的 I 级电子天平

辅助器具: 1 支 10 μ L 微量进样器

试剂: 单组分卡尔·费休容量法滴定剂, 5 mg/mL (34805-1L)

单组分卡尔·费休溶剂 (Fluka 37817-1L)

娃哈哈纯净水

1.4 参考方法

GB 5009.3-2016 《食品安全国家标准 食品中水分的测定》

GB 1886.235-2016 《食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬酸》

2 样品测试

2.1 测试过程

(1) 方法选择: 打开 T930 开机按钮, 登录用户界面, 依次点击“开始滴定”—“方法编辑”, 按 2.2 设置仪器参数。

(2) 标定卡尔·费休滴定剂浓度:

- ①预滴定: 加入适量溶剂 (浸没电极), 点击“开始预滴定”, 直至待机。
- ②加纯水: 用 10 μL 微量进样器抽取纯净水, 反复润洗多次, 然后抽取 10 μL 纯水, 戴手套用手将微量进样器上多余的水抹掉, 点击“系统进样”, 用微量进样器迅速将纯水注入分析杯中, 然后立即拔出微量进样器 (整个过程应稳当、连贯、迅速), 最后点击“开始滴定”按钮。
- ③连续测试三次, 取其平均值为卡尔·费休滴定剂的浓度值。

(3) 测试:

- ①仪器处于待机状态时, 点击“系统进样”, 打开加料口橡胶塞, 迅速加入 0.1~0.2 g (精确称至 0.0001 g) 的样品于滴定杯中, 立即盖好橡胶塞, 点击“开始滴定”。(若此时滴定杯壁上有样品, 需通过晃动滴定杯, 使之溶解。)
- ②滴定结束后, 在弹出的对话框中, 输入样品的实际重量, 从而计算样品的水分含量。

2.2 仪器参数

| | | | |
|---------|------------|---------|-------------------------------|
| 搅拌速度: | 45% | 终点: | 100.0 mV |
| 控制区: | 150.0 mV | 漂移值: | 0 $\mu\text{g}/\text{min}$ |
| 混合时间: | 90 s | 终止类型: | 相对漂移停止 |
| 开始加液速率: | 正常 | 结束体积: | 10.0 mL |
| 最大加液速率: | 1.0 mL/min | 最小加液速率: | 80.0 $\mu\text{L}/\text{min}$ |

2.3 结果

| 样品名称 | 检测项目 | 序号 | 滴定剂浓度 (mg/mL) | 称样质量 g | 滴定剂消耗体积 mL | 水分含量 (%) | 精密度 (%) | 标准 |
|-------|------|----|---------------|--------|------------|----------|---------|------------|
| 一水柠檬酸 | 水分 | 1 | | 0.1301 | 2.313 | 8.9421 | - | |
| | | 2 | 5.03 | 0.1066 | 1.822 | 8.9364 | 0.0638 | $\leq 2\%$ |
| | | 3 | | 0.1024 | 1.988 | 8.9493 | 0.1442 | |

2.4 图谱

