

实用技术

电位分析法测定乳酸的含量

陈正行

(粮油科学与工程系)

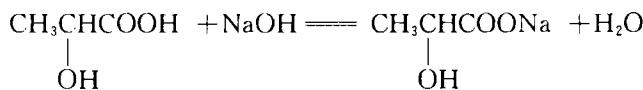
0 引言

乳酸一般由淀粉、葡萄糖、马铃薯等原料经发酵法制得。目前,成品乳酸含量的测定主要依据国家标准方法 GB2023-80^[1]。用该方法测定样品时,酚酞为指示剂,用硫酸标准溶液滴定至样品溶液由红色变成无色即为终点。因滴定终点的确定依靠指示剂的变色来判断,则人眼对颜色的敏感程度就显的特别重要。由于人眼对红色十分敏感,故酚酞作为指示剂碱滴定酸,溶液由无色变成微红色时,很容易观察出来,测定误差很小;而酸滴定碱时,溶液由几乎不呈红色到无色之间的颜色变化,依靠人眼观察就十分困难,滴定终点难以确定,造成测定误差较大;此外,指示剂的用量对指示剂的变色范围有影响,如酚酞用量减少,会在较高 pH 值时变色;不同的人对颜色的敏感程度也是有差别的,即使同一个人对同一强度的颜色作多次判断时,也会产生误差。Magallanes J F 和 Johansson A 等人也已报道过这种测定方法的误差是较大的^[2,3]。这种误差也往往引起生产厂家对乳酸含量的争议。因此,作者研究了应用电位分析法测定乳酸的含量。

1 基本原理

电位分析无需任何指示剂,滴定终点是根据电位的“突跃”或测定终点电位的设定来判断,即用仪器代替人眼对颜色的观察,因而大大降低了测定误差。

当用 NaOH 标准溶液测定乳酸时,发生



反应,滴定终点时,溶液中全部 $\text{CH}_3\text{CHOHCOOH}$ 被中和生成 $\text{CH}_3\text{CHOHCOONa}$ 。但由于 $\text{CH}_3\text{CHOHCOO}^-$ 为弱碱,根据它在溶液中的离解平衡,可求得溶液中的 OH^- 浓度。

收稿日期:1993-11-21

已知 $[OH^-] = \sqrt{K_b C}$

式中 $K_b = \frac{K_w}{K_a}$, $K_w = 1.00 \times 10^{-14}$, $K_a = 1.40 \times 10^{-4}$.

假设 $C = 0.05 \text{ mol/L}$, 为滴定终点时 $CH_3CHOHCOO^-$ 的浓度。

则 $[OH^-] = \sqrt{K_b C} = \sqrt{\frac{K_w}{K_a} \cdot C} = \sqrt{\frac{10^{-14}}{1.40 \times 10^{-4}} \times 0.05} = 1.89 \times 10^{-6} \text{ mol/L}$

$pOH = \lg \frac{1}{[OH^-]} = \lg \frac{1}{1.89 \times 10^{-6}} = 5.72$

$pH = 14 - pOH = 14 - 5.72 = 8.28$

即滴定终点 pH 值为 8.28. 可见等当点 pH 值大于 7, 溶液显碱性. 图 1 为实际滴定的曲线, 可以看出实际滴定的等当点 pH 值与计算值一致, 滴定曲线的“突跃”范围也在 4 个 pH 值单位以上, 即在等当点附近, NaOH 滴定体积的微量增加, 便会引起溶液 pH 值的强烈改变. 因此, 电位分析法测定乳酸含量具有很高的准确度和精密密度.

分析乳酸含量时, 应当注意: 高浓度的乳酸在存放过程中能缩合成酯, 成平衡状态^[4,5], 由两分子乳酸缩合而成的称为乳酸酐, 再脱水则成丙交酯.

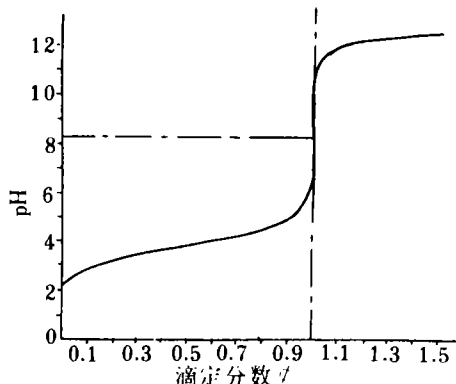
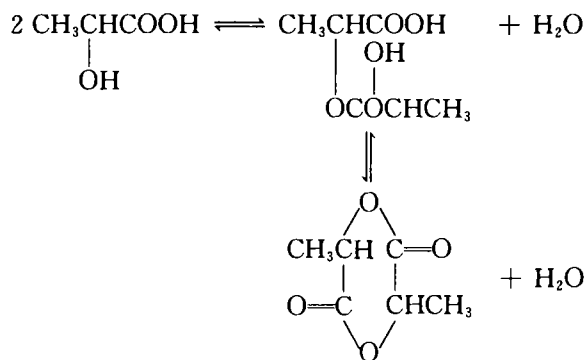


图 1 0.1mol/L NaOH 滴定 0.1mol/L $CH_3CHOHCOOH$ 的滴定曲线



此外尚发生多分子间的缩合反应. 这些缩合物总称为乳酸酐. 如用水稀释, 长期放置或加碱后加热, 则又回复成乳酸. 因此, 不能用强碱直接滴定来测定乳酸和乳酸酐混合物总乳酸的含量, 而须用返滴定法. 先将试样加入过量的 NaOH 标准液, 加热后使乳酸酐水解为乳酸, 并与碱反应完全, 然后用强酸标准溶液滴定过量的碱.

2 材料和方法

2.1 材料

食用乳酸, 苏州乳酸厂提供, 含量 $\geq 80\%$.

2.2 方法

2.2.1 国标法^[1]

2.2.2 电位分析法 称取 1g 试样(准确至 0.0002g),加蒸馏水 40ml,准确加入 40ml 0.5mol/L NaOH 标准溶液,在电炉上微沸 5min,加 100ml 蒸馏水,置磁力搅拌器上,插入电极,用 0.25mol/L 硫酸标准溶液滴定,当酸度计显示 pH 值为 8.28 时,即为滴定终点(此时,溶液中 $\text{CH}_3\text{CHOHCOO}^-$ 的浓度非常接近于 0.05mol/L)。同时做一空白试验。

按下式计算乳酸含量:

$$\text{乳酸}(\%) = \frac{(V_2 - V_1) \times C_{\text{H}_2\text{SO}_4} \times 0.18016}{m} \times 100$$

式中

V_2 ——空白滴定时用去硫酸标准溶液的体积(ml)

V_1 ——试样滴定时用去硫酸标准溶液的体积(ml)

$C_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ ——硫酸标准溶液的摩尔浓度

m ——称取样品质量(g)

0.18016 ——每 mg 摩尔硫酸相当于乳酸的 g 数

3 结果和讨论

分别以电位分析法和 GB2023-80 法测定乳酸含量,各测定样品 10 次,考察分析方法的可靠性,结果见表 1。

表 1 乳酸含量测定结果

测定方法	测定值(%)					平均测定值(%)	相对平均误差(%)	标准偏差(%)
电位分析法	79.96	79.93	80.02	79.94	80.06	80.000	0.630	0.062
	80.01	79.94	80.12	80.02	80.04			
国标法	80.42	79.97	79.95	79.87	80.72	80.400	4.560	0.430
	80.97	80.93	79.98	80.49	80.71			

表 1 表明:电位分析法的相对平均误差和标准偏差分别为 0.630% 和 0.062%,远低于国标法的 4.560% 相对平均误差和 0.430% 标准偏差,说明电位分析法比国标法更准确和精密。如采用自动电位滴定装置,预先设定终点滴定电位,可实现滴定操作的自动化,使测定方法具有简便、快速、准确的特点。

参 考 文 献

- 1 国家标准局. 中华人民共和国国家标准 GB2023-80
- 2 Magallanes J F, Caridi A F. Anal Chem Acta, 1981, 133
- 3 Johansson A, Johansson S. Analyst, 1978, 103
- 4 Lyalckov Yu S, Klychkv Yu A. Theoretical Foundation of Modern Chemical Analysis, Mir Publishers Moscow, 1980
- 5 Willis C J. ibid, 1981, 58