

电位滴定法测定聚山梨酯 80 中的酸值含量

1 前言

聚山梨酯 80，一种优良的非离子表面活性剂，广泛应用于各种领域。作为 O/W 型食品乳化剂，可与司盘混合或单独使用；用作气相色谱的固定液，用于分离醇、酮、酯及脂肪酸等；在石油开采和运输过程中用作驱油剂；还可用于制备医疗用注射剂、化妆品原料等。通过测量其酸值，能够间接反映出平均碳链长度，是评价质量的重要指标。

本文参照《中国药典 2020 年版通则 0713 脂肪与脂肪油测定法 酸值》，采用电位滴定的方式，改进了聚山梨酯 80 中酸值的测定方法，结果精准可靠。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

T960 电位滴定仪、9112PH PH 非水复合电极；水浴锅；冷凝管。

2.2 试剂

95%乙醇、0.1mol/L 的氢氧化钠标准滴定液。

3 实验方法

3.1 实验步骤

精密称定试样（精确至 0.0001g），置于锥形瓶中。加入 50mL 的 95%乙醇溶解，煮沸冷凝回流 10min。取下冷凝管及锥形瓶，加入 10mL 乙醇冲洗冷凝管，冲洗后的乙醇流入锥形瓶。将锥形瓶中的样品转移至滴定杯，并用 10mL 乙醇洗净锥形瓶，一并转移至滴定杯，将滴定杯盖上杯盖，放冷。用 0.1mol/L 的氢氧化钠标准滴定液滴定。一并做空白试验。

3.2 参数设置

氢氧化钠动态滴定酸值参数设置：

滴定类型：	动态滴定	方法名：	氢氧化钠滴定酸值
滴定管体积：	10mL	样品计量单位：	g
工作电极：	pH 非水复合电极	参比电极：	无
搅拌速度：	6	预搅拌时间：	20s
电极平衡时间：	6s	电极平衡电位：	1mv
滴定速度：	标准	滴定前平衡电位：	6mv
最小添加体积：	0.02mL	结束体积：	5mL
滴定剂名称：	氢氧化钠	理论浓度：	0.1129

氢氧化钠终点滴定酸值参数设置：

滴定类型：	终点滴定	方法名：	氢氧化钠滴定酸值
滴定管体积：	10mL	样品计量单位：	g
工作电极：	pH 非水复合电极	参比电极：	无
搅拌速度：	6	滴定前平衡电位：	6mv
快滴平衡时间：	6s	快滴平衡电位：	1mv
慢滴平衡时间：	6s	慢滴平衡电位：	1mv
快滴体积：	0.04	慢滴速度：	0.01
终点值 (pH)：	11.1	终点预控范围 (pH)：	10.0
滴定剂名称：	氢氧化钠	理论浓度：	0.1129

4 结果与讨论

4.1 实验结果

1. 经过分析检测，动态滴定测得聚山梨酯 80 酸值测定结果如下表：

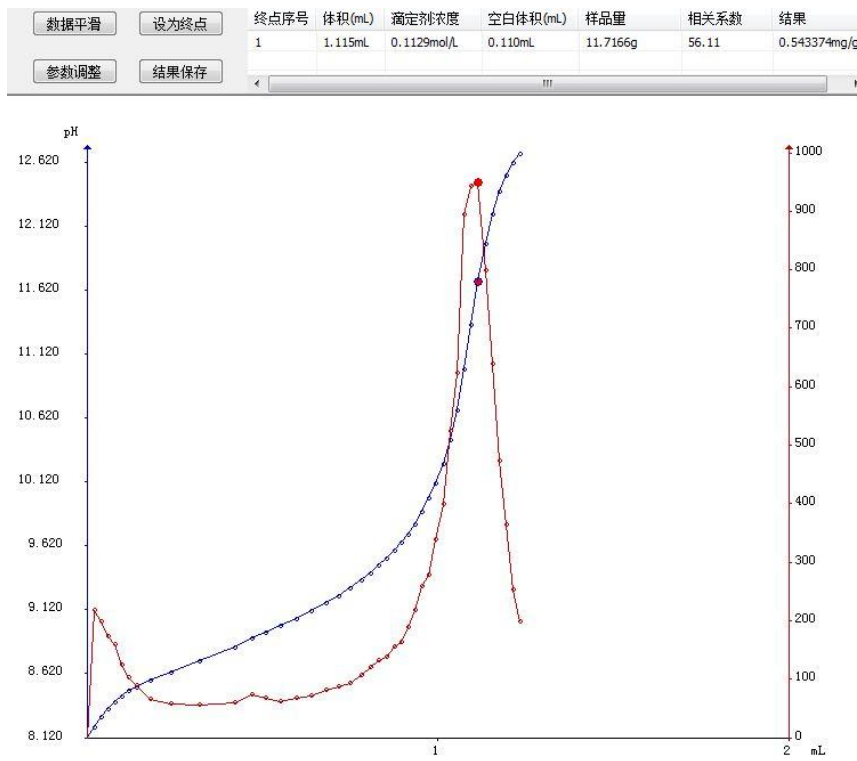
样品名称	取样量/g	滴定样品体积 V_1 /mL	滴定空白体积 V_2 /mL	$c(\text{NaOH})$ /mol/L	含量/mg/g	含量/mg/g
0206	9.6735	0.944	0.110	0.1129	0.546	0.549
	11.7166	1.115			0.543	
	9.7136	0.965			0.558	
0403-3	10.8867	0.960			0.495	0.502
	9.4016	0.860			0.505	
	9.7837	0.891			0.506	

2. 经过分析检测，终点滴定测得聚山梨酯 80 酸值测定结果如下表：

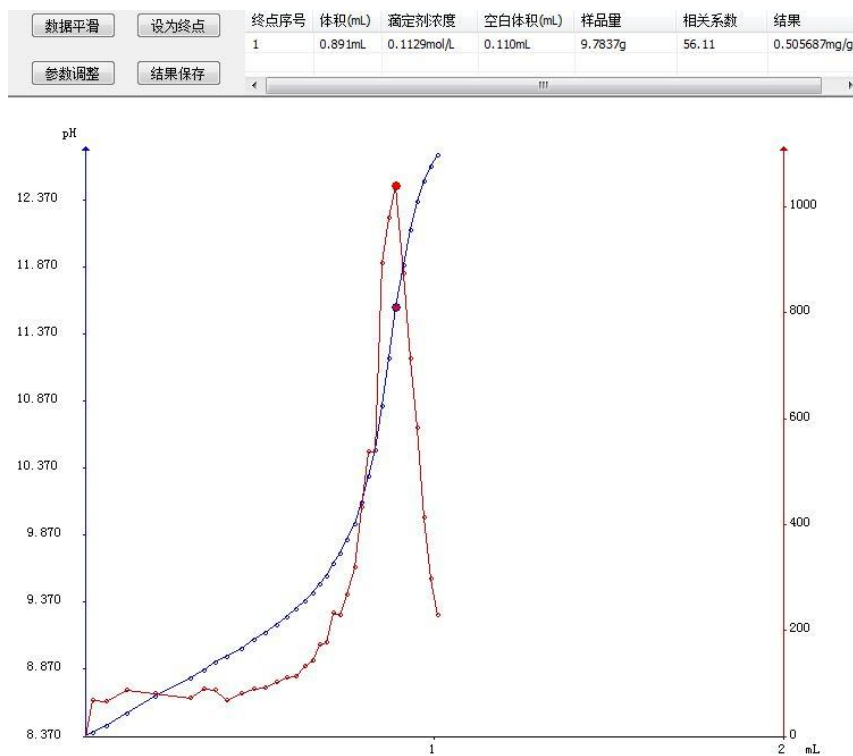
样品名称	取样量/g	滴定样品体积 V_1 /mL	滴定空白体积 V_2 /mL	$c(\text{NaOH})$ /mol/L	含量/mg/g	含量/mg/g
0206	9.7082	0.930	0.120	0.1129	0.529	0.532
	9.6763	0.930			0.530	
	9.6787	0.940			0.537	
0403-3	9.6637	0.870			0.492	0.487
	10.3235	0.930			0.497	
	9.6757	0.840			0.471	

4.2 滴定谱图

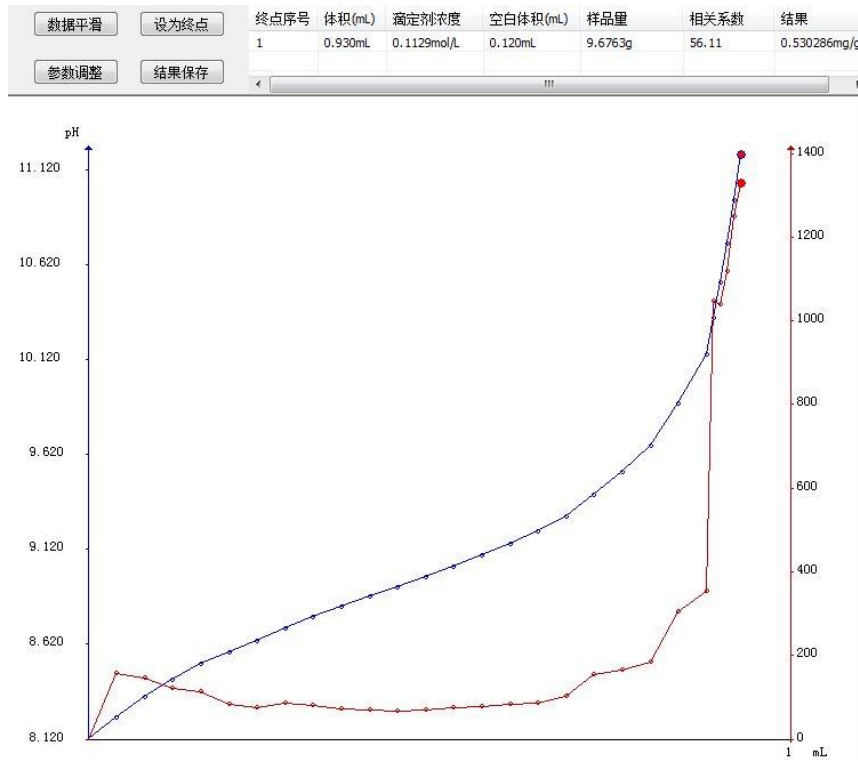
1. 0206 聚山梨酯 80 测试动态滴定图谱：



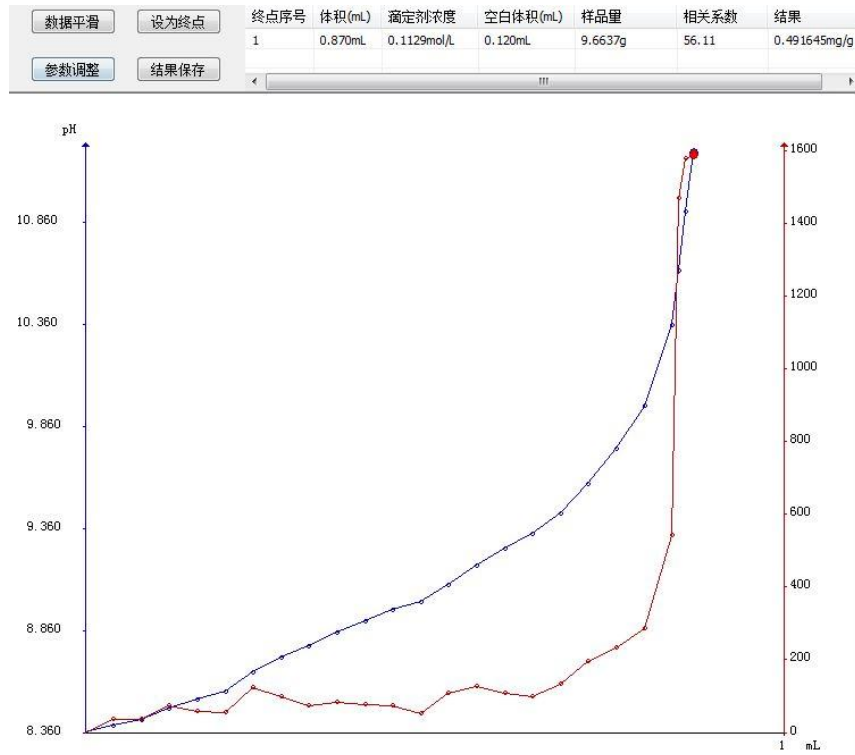
2. 0403-3 聚山梨酯 80 测试动态滴定图谱:



3. 0206 聚山梨酯 80 测试终点滴定图谱:



4. 0403-3 聚山梨酯 80 测试终点滴定图谱：



4.3 结论

本文建立了聚山梨酯 80 酸值的电位滴定测定方法，避免了由颜色判定产生的误差，结果更为精准可靠，为聚山梨酯 80 酸值测定提供了一定的参考依据。

参考文献

【1】中国药典 2020 年版通则 0713 脂肪与脂肪油测定法 酸值

注意事项

- 1、使用前配制 pH 校准溶液，标定电极。
- 2、本实验属于方法开发，使用 95%乙醇为溶剂，使用终点滴定和动态滴定分别确定终点。
- 3、终点滴定终点值根据酚酞在此体系中的变色点设置。本次实验设置终点值为 11.1。