

电位滴定法测定饲料添加剂蛋氨酸羟基类似物钙盐的含量

一、前言

蛋氨酸羟基类似物钙盐, 主要用作饲料添加剂。由于畜禽缺乏蛋氨酸, 会引起发育不良、体重减轻、肝肾功能减弱、肌肉萎缩、毛皮变质等, 因此在动物饲料中作为必须添加成分, 本次实验根据 GB 21034-2017 饲料添加剂 蛋氨酸羟基类似物钙盐规定, 测定某厂家生产的蛋氨酸羟基类似物钙盐是否达标, 采用 T960 全自动电位滴定仪按照其电位突跃点确定终点, 快速高效, 证明电位滴定法是检测这类样品的不错选择。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪, 9222PT 复合氧化还原电极, 分析天平, 烘箱等

2.2、试剂

$c(1/6KBrO_3)/mol/L=0.1mol/L$ 的滴定液, 碘化钾, 浓盐酸, 冰醋酸, 去离子水

三、实验方法

3.1、实验过程

3.1.1 试剂的配置

1) $c(1/6KBrO_3)/mol/L=0.1mol/L$ 的滴定液的配置: 准确称取 2.91g 溴酸钾和 18.75g 溴化钾 (精确至 0.0001g), 定容至 1L 容量瓶中。

2) 滴定溶剂的配置: 按照冰乙酸: 水: 浓盐酸=50:10:3 的比例配置。

3.1.2 $c(1/6KBrO_3)/mol/L=0.1mol/L$ 的滴定液的标定

用 5mL 移液管准确量取 5mL 配置好的溴酸钾溴化钾滴定液, 置于滴定杯中, 加入 2g 碘化钾和 5mL 20% 的盐酸溶液, 50mL 水, 暗处静置 3min, 等时间到, 用标定好的硫代硫酸钠进行滴定至电位突跃终点。

3.1.3 蛋氨酸羟基类似物钙盐含量的测定

准确称取粉碎干燥至恒重的待测试样 0.1g, 精确至 0.0001g, 于 150mL 干燥好的滴定杯中。加入 50mL 酸溶液 (冰乙酸: 水: 浓盐酸=50:10:3), 将滴定杯中试样超声溶解后, 放置于滴定台上, 开启磁力搅拌, 启动编辑好的方法, 用标定好的 0.1mol/L 溴酸钾溴化钾标准溶液进行电位滴定, 滴定至电位突跃终点, 停止滴定, 记录耗用标准溶液的体积和滴定结果, 同时做空白试验。

3.2、仪器参数

T960 全自动滴定仪参数设置如表 1 所示:

表 1 滴定仪参数设置

滴定类型:	动态滴定	方法名:	蛋氨酸羟基类似物钙盐含量测定
滴定管体积:	10mL	样品计量单位:	g
工作电极:	复合铂电极	参比电极:	无
搅拌速度:	6	预搅拌时间:	5s
电极平衡时间:	6s	电极平衡电位:	1mv
滴定速度:	慢	滴定前平衡电位:	6mv
最小添加体积:	0.02mL	结束体积:	20mL
电位突跃量:	500	预控 mV 值:	无
相关系数:	8.46	结果单位:	%
滴定剂名称:	溴酸钾-溴化钾	理论浓度:	0.1

四、结果与讨论

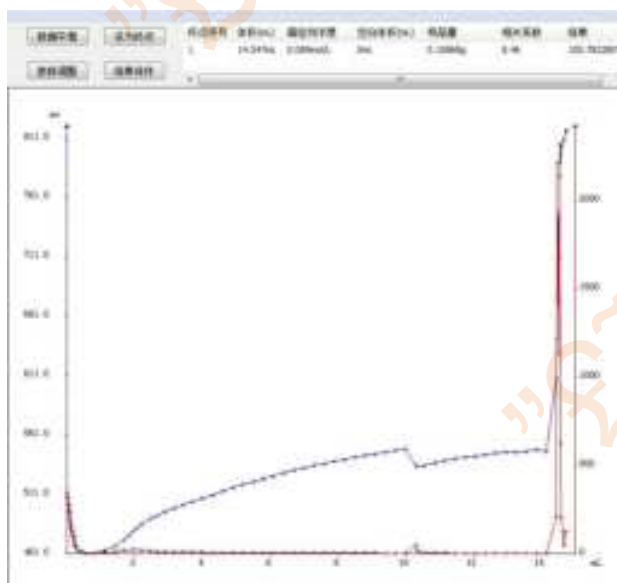
4.1、实验结果

样品经测试，得到实验结果如表 2 所示：

表 2 蛋氨酸羟基类似物钙盐含量测试结果

样品名称	取样量 (g)	$c(1/6KBrO_3)/$ mol/L	滴定体 积 V_1/mL	空白体积 V_0/mL	含量 (%)	平均值	RSD (%)
1#	0.12738	0.0890	16.149	0.07	95.043	95.185	0.106
	0.12115		15.388		95.200		
	0.11077		14.080		95.231		
2#	0.11447		15.318		100.296	100.243	0.092
	0.10868		14.547		100.297		
	0.11199		14.964		100.137		

4.2、滴定图谱



4.3、结论

本次测试通过自动电位滴定仪测定蛋氨酸羟基类似物钙盐含量，测试结果大于 95%，且满足国标的测

试绝对差值不大于 0.2%。而且使用仪器判断减少了人工误差，大大提高了实验的精度。电位滴定法是检测该类样品含量的不错选择。