

电位滴定法检测酪氨酸含量

1 前言

酪氨酸属于芳香族氨基酸，是人体的半必需氨基酸之一，酪氨酸的代谢性紊乱将导致一些遗传性疾病，因此医药上常用作氨基酸类营养药，治疗脊髓灰质炎、脑炎、甲状腺机能亢进等疾病。还可以促进黑色素的形成，减轻白癜风症状。

本文参考药典中的方法，采用 88%甲酸进行前处理，分别用 3M 氯化钾和 1M 的氯化锂作为电极填充液进行对比，结果显示无明显差别。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T960 电位测定仪、10mL 滴定管、

Hamilton pH 复合电极、Hamilton pH 复合电极（无填充口）

2.2 试剂

高氯酸溶液（0.1mol/L），超纯水、冰乙酸

3 实验方法

3.1 实验步骤

精密称定样品约 0.09g 于滴定杯中，先用 88%甲酸超声溶解，加入 50mL 冰乙酸，用高氯酸溶液滴定至终点。同时做空白实验。

3.2 参数设置



滴定模式：	动态滴定	搅拌速度：	6
电极平衡时间：	6s	预搅拌时间：	8s
电极平衡电位：	0.5mv	滴定速度：	标准
最小添加体积：	0.02mL	预滴定添加体积：	2mL
结束体积：	30mL	预滴定搅拌时间：	6s
滴定前平衡电位：	50mV	补液速度：	6
电位突跃量：	100		

4 结果与讨论

4.1 结果

(1) 填充 3M 氯化钾参比液的 pH 电极

高氯酸溶液浓度：0.10054mol/L，空白体积：0.05mL。

取样量 (g)	滴定体积 (mL)	含量 (%)
5.441	0.0984	100.2
5.218	0.0956	98.9
4.975	0.09006	100.0
5.003	0.0915	99.0

(2) 填充 1M 氯化锂参比液的 pH 电极

高氯酸溶液浓度：0.1013mol/L， 空白体积：0.05mL。

取样量 (g)	滴定体积 (mL)	含量 (%)
0.09152	5.003	99.39
0.09187	5.013	99.21
0.10021	5.499	99.86
0.11904	6.502	99.54
0.09128	5.002	99.63
0.09120	5.051	99.88

(3) 无填充口的 pH 电极

高氯酸溶液浓度：0.1013mol/L， 空白体积：0.05mL。

取样量 (g)	滴定体积 (mL)	含量 (%)
0.10427	5.735	100.13
0.1074	5.892	99.89
0.08986	4.962	100.39

(4) 填充 3M 氯化钾参比液的 pH 电极，加入 3mL 乙酸酐

取样量 (g)	滴定体积 (mL)	含量 (%)
4.647	0.09576	87.8
4.684	0.08786	96.5
4.978	0.09762	92.3

计算公式：

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 18.12}{m}$$

式中：

X --酪氨酸的含量，%；

V₁ --滴定试样时高氯酸溶液的消耗量，mL；

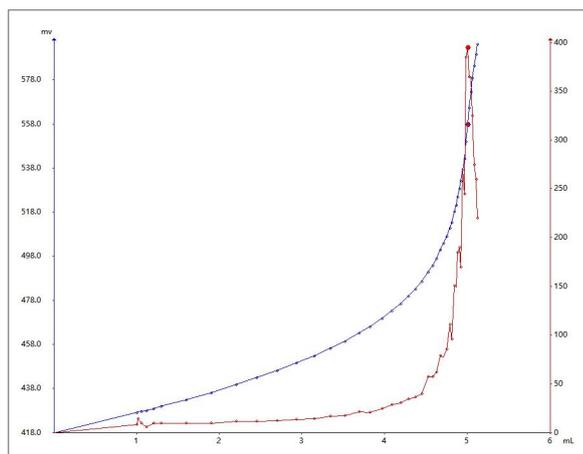
V₀ --滴定空白时高氯酸溶液的消耗量，mL；

18.12 --每 1mL 高氯酸溶液 (0.1mol/L) 相当于 18.12mg 的酪氨酸；

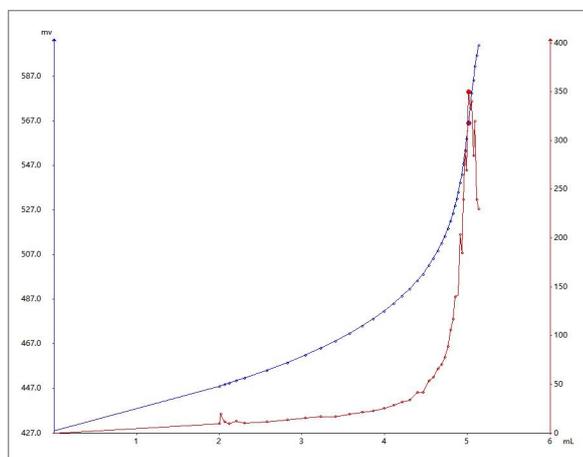
m --样品的质量，g。

4.2 图谱

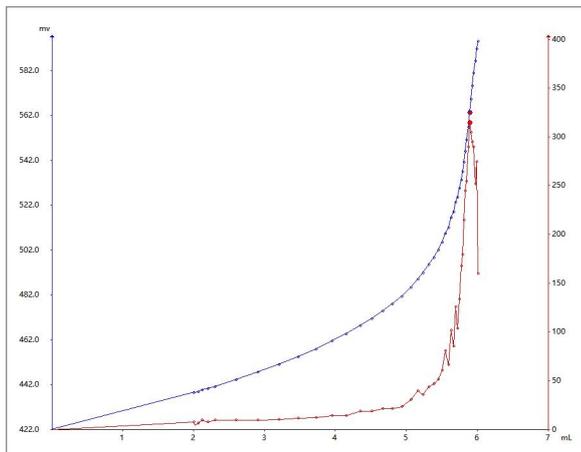
(1) 3M 氯化钾参比液



(2) 1M 氯化锂参比液



(3) 无填充口的 pH 电极



4.3 结论

本实验采用 88%甲酸进行前处理，分别用 3M 氯化钾水溶液、1M 的氯化锂和无填充的 pH 电极进行对比，结果和图谱显示无明显差别。同时有实验证明用无水甲酸处理样品后再用上述三种电极进行测试也无明显差异，说明在测定酪氨酸的非水实验中参比液的性质影响很小。但若加入乙酸酐除去水分的影响，却导致结果不符合标准，分析原因可能是样品乙酰化引起的。

注意事项

- 1、精密称定：将滴定杯直接放在万分之一的天平上，调零后直接滴加样品称量。由于称量 1.0g 会导致溶液消耗量偏大，本实验一律称量 0.5g 左右。
- 2、高氯酸用前需标定，初始电位 mV 值一般在 370 左右。