

电位滴定法测定饲料中可溶性氯化物含量

一、前言

饲料主要指的是农业或牧业饲养的动物的食物，根据畜牧业生产实践中积累的经验，逐步形成了科学规范的饲料标准，其中氯化钠含量是其中一个非常重要的指标。在动物体内，主要存在于体液和软组织中，维持渗透压、调节酸碱平衡、控制水的代谢，是动物正常生长和发育所必需的矿物元素，氯化钠呈咸味，可以提高饲料的适口性。当饲料中氯化钠含量不足或过量时，可导致动物生长不良或中毒。根据 GB/T6439-2007，目前饲料中可溶性氯化物测定利用的是硫氰酸盐返滴定法，该方法费时且缺乏精确度。本次实验通过设计实验，考察 T960 全自动电位滴定仪检测氯化物方法的可行性，找到了检测饲料中氯化物最快速最方便的检测方法。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪，复合银离子电极，容量瓶，漏斗，分析天平

2.2、试剂

硝酸，去离子水，0.1mol/L 硝酸银标准滴定液

三、实验方法

3.1、实验过程

1) 样品制备：准确称取 5g 粉碎过筛后的饲料样品（精确至 0.0001g），置于 250mL 容量瓶中，加入去离子水溶解试样，为了促进溶解，再用移液枪移取 10mL 硝酸于容量瓶中，最后用去离子水定容至刻度线，超声 15min，静置 30min 取上清液测试或者过滤，取滤液待测。

2) 滴定过程：用 25mL 移液管准确移取上述滤液置于滴定杯中，再加入 25mL 去离子水，将其放置电位滴定台上，开启搅拌，使试样完全混合均匀，插上复合银电极和滴定头，启动编辑好的方法，用硝酸银（0.100mol/L）标准溶液滴定至电位突跃点，记下消耗滴定液标准滴定液的体积，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:	饲料中可溶性氯化物含量测定
滴定管体积:	10mL	样品计量单位:	g
工作电极:	复合银离子电极	参比电极:	无
搅拌速度:	7	预搅拌时间:	5s
电极平衡时间:	4s	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:	20mL
预滴定添加体积:	0 (也可适当设置)	最小添加体积:	0.02mL
电位突跃量:	500mV	预控 mv 值:	无
相关系数:	35.5	结果单位:	%
滴定剂名称:	硝酸银	理论浓度:	0.1 (标定的浓度)

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：

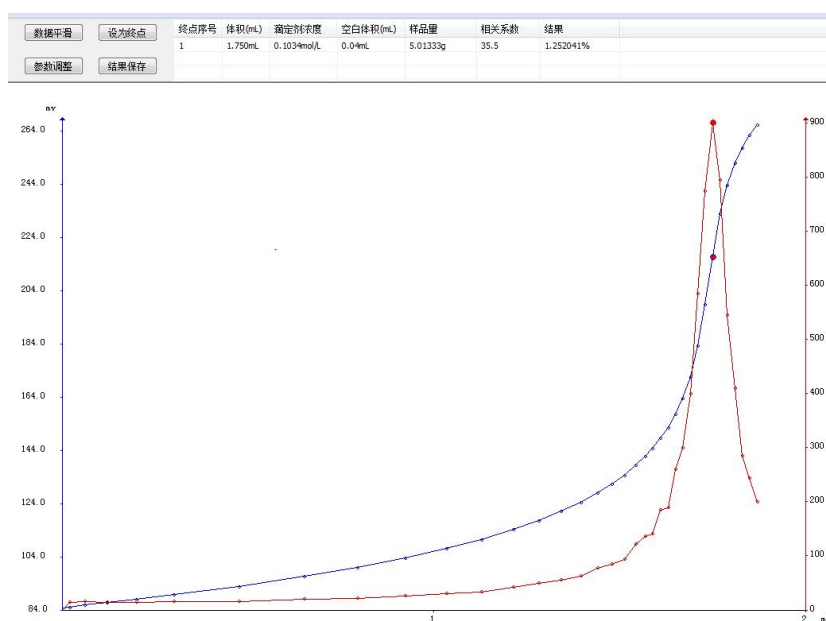
表 2 不同批次饲料氯化物含量测试结果

样品名称	溶解试样质量/g	滴定体积 V_2 /mL	含量/%	平均含量/%	RSD/%
103	5.06715	0.443	0.2919	0.2955	1.8805
		0.465	0.3019		
		0.444	0.2927		
	5.08635	0.466	0.3074	0.3079	0.2813
		0.468	0.3089		
		0.466	0.3074		

201823	5.05178	1.754	1.2454	1.246	0.6397
		1.770	1.2570		
		1.749	1.2417		
	5.01333	1.752	1.2535	1.2525	0.0691
		1.750	1.2520		
		1.750	1.2520		
3231	5.09174	1.721	1.2119	1.2184	0.4828
		1.734	1.2198		
		1.737	1.2234		
	5.04918	1.735	1.2322	1.2257	0.6802
		1.713	1.2163		
		1.730	1.2286		

注： 取样量 25mL，c(硝酸银)=0.1034mol/L，空白体积 $V_1=0.04\text{mL}$ ；经过两次平行实验，发现该方法测试的结果的再现性良好。

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饲料中的氯化物含量，重复性和再现性均满足要求。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。电位滴定法是检测饲料样品氯化物含量的不错选择。

参考文献

[1]GB/T6439-2007 饲料中可溶性氯化物含量的测定[S].