

原子吸收光谱法测定饲料中铬和锌

黄文水^①

(汕头市质量计量监督检测所 广东省汕头市金砂中路 64 号 515041)

摘要 采用 WFX-1F2B2 原子吸收分光光度计测定饲料中铬和锌, 本方法通过选取用窄的光谱通带来减少复杂谱线的干扰; 选用的富燃料还原火焰来抑制难熔氧化物的形成, 提高检测的灵敏度。同时采用加入 1% 硫酸钠溶液及 1% 柠檬酸溶液的方法来消除 Fe、Ca、Cu、Mg、Mn、Si 等元素对铬的干扰; 加入 0.1% 镧盐溶液来消除其对锌的干扰, 而采用标准加入法的测定方式又消除了饲料基体中其他未知因素的影响, 此法同时测定了饲料中的铬、锌的含量, 快速、简便、准确性高、重现性好, 获得了满意的效果。

关键词 饲料, 铬, 锌, 原子吸收光谱法。

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2006)02-0363-03

1 前言

锌是目前发现的最具有生理功能的微量元素, 也是畜禽生长代谢过程中所必需的矿物元素。它对畜禽骨骼发育、生殖、免疫、凝血、生物膜稳定性等生理机能的完善具有重要的作用。锌可通过饲料适量补给, 若摄入过量会造成幼畜的细胞增殖力下降及病变。铬元素在饲料中以 Cr^{6+} 形式存在时是有毒的, 它会造成成畜离粘膜炎、脑水肿及内脏器官出血等, 并会通过生物链对人体健康造成危害。因此, 准确测知饲料中铬、锌的含量具有重要的实用意义。国际法颁布的饮料中铬的测定方法为比色法, 锌的测定方法是进行单个元素的原子吸收分析, 样品处理较为复杂、操作繁琐。本法采用火焰原子吸收法同时测定了饲料中的铬和锌, 快速、简便、准确性高、重现性好, 获得了满意的效果。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

WFX-1F2B2 原子吸收分光光度计(北京瑞利仪器有限公司); 铬、锌空心阴极灯(北京有色金属研究总院); 锌标准溶液: 准确称取金属锌(AR, 国家标准物质中心) 1.000g, 用少量盐酸(1+1)溶液溶解, 再以 1% 盐酸稀释至 1000mL, 此溶液浓度为 1.0mg/mL; 稀释得到浓度为 10 μg /mL 锌的标准工作溶液; 铬标准溶液: 准确称取于 150 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的重铬酸钾(AR, 国家标准物质中心) 2.829g, 溶于蒸馏水中并稀释至 1000mL, 此溶液浓度为 1.0mg/mL; 稀释得到浓度为 100 μg /mL 的铬标准工作溶液; 10% 硫酸钠溶液; 10% 柠檬酸溶液; 1% 镧盐(氯化镧)溶液; 盐酸溶液(1+1; 3mol/L; 1%)。所用试剂为优级纯, 实验用水为去离子水。

2.2 仪器工作参数

见表 1。

① 联系人, 手机: 013536915337; E-mail: rujian20022000@yahoo.com.cn

作者简介: 黄文水(1974—), 男, 广东省汕头市人, 助理工程师, 主要从事食品检验工作。

收稿日期: 2005-09-07; 接受日期: 2005-10-13

表 1 仪器试验条件

元素	波长 (nm)	光谱带宽 (nm)	灯电流 (mA)	空气流量 (L/min)	乙炔流量 (L/min)	燃器高度 (mm)
Cr	357.9	0.2	6	6	1.8	7
Zn	213.9	0.2	5	6	9	7

2.3 试样的制备

采集具有代表性的配合饲料样品约 2kg, 四分法缩分至 250g, 粉碎并过 1mm 筛, 低温密闭保存。准确称取 1—5g 样品(精确至 0.001g)于 60mL 瓷坩锅中, 先在电炉上加热至炭化完全后转入高温炉内, 于 550℃ 灼烧灰化处理呈灰白色无碳粒, 取出冷却, 加入 10mL 盐酸溶液(3mol/L), 在电炉上煮沸 10min, 趁热过滤至 100mL 容量瓶中, 冷却后, 稀释至刻度备用。

2.4 试样的测定

铬的测定: 准确移取 25mL 试样制备液于 4 个 50mL 容量瓶中, 分别加入铬标准工作溶液 0、2、4、6mL, 10% 硫酸钠溶液 5mL, 10% 柠檬酸溶液 5mL, 用去离子水稀释至刻度。在选定仪器条件下测定铬的含量; 锌的测定: 准确移取 1—5mL 试样制备液于 4 个 50mL 容量瓶中, 分别加入锌标准工作溶液 0、1.5、3.0、4.5mL, 1% 镧盐(氯化镧)溶液 5mL, 用去离子水稀释至刻度。在选定仪器条件下测定锌的含量。

3 结果与讨论

3.1 干扰及消除

铬在其测定波长附近光谱组成复杂, 发射线较多; 且铬在空气-乙炔火焰中易形成难挥发的氧化物。本法选取用窄的光谱通带可减少复杂谱线的干扰; 而选用的富燃料还原火焰可抑制难熔氧化物的形成, 两种措施均可提高检测的灵敏度。锌的灵敏共振线分布在短波紫外区附近, 受火焰气体的影响较大, 且火焰的组成也会对其产生影响。通过严格地控制乙炔火焰的方式可减少这种干扰。饲料组成较为复杂, 其中 Fe、Ca、Cu、Mg、Mn、Si 等元素的存在均会不同程度地对铬和锌的测定产生化学干扰, 采用加入 1% 硫酸钠溶液及 1% 柠檬酸溶液的方法可消除其对铬的干扰; 加入 0.1% 镧盐溶液可消除其对锌的干扰, 而采用标准加入法的测定方式又消除了饲料基体中其他未知因素的影响。

3.2 准确度试验

对 1—6 个试验分别做加入回收率试验: 测定结果见表 2。

表 2 回收率试验

(n=6)

元素	试样含量 (mg/kg)	加入量 (mg/kg)	测定平均量 (mg/kg)	回收量 (mg/kg)	回收率 (%)
Cr	3.4	3.0	6.3	2.9	97
		6.0	9.6	6.2	103
Zn	2.3	4.0	6.1	3.8	95
		4.2	6.5	4.2	100

3.3 精密度试验

表 3 精密度试验

(n=7)

元素	平均值(mg/kg)	标准偏差	RSD(%)
Cr	0.31	0.020	6.5
Zn	0.59 [*]	0.024	4.1

对 7 个试验分别做精密度试验, 测定结果见表 3。

4 结论

用火焰原子吸收光谱法测定饲料中铬和锌, 其回收率在 95%—103% 之间, 相对标准偏差小于 6.5%。准确度和精密度均较好, 可见此法是饲料中铬和锌测定的有效方法。

Determination of Chromium and Zinc In Animal Feed by Atomic Adsorption Spectrometry

HUANG Wen-Shui

(Shantou Quality Supervision and Detection Institute, Shantou, Guangdong 515041, P. R. China)

Abstract The amounts of chromium and zinc in animal feed were determined by the F2B2 WFX-1 atomic absorption spectrophotometer. The interferences from complicity spectrum lines were reduced with narrow spectrum line, from the formation of the difficult the oxide of solution were reduced with enriching the fuel restores flames. The interferences to chromium from Fe, Ca, Cu, Mg, Mn, Si, etc. chemical element were reduced by adding 1% sodium sulfate and lemon. The interferences to Zinc from Fe, Ca, Cu, Mg, Mn, Si, etc. chemical element were reduced by adding 0.1% lanthanum salt solution. The interferences for both of chromium and zinc from other unknown factors in animal feed matrix were reduced by standard addition method. The method is simple, accurate, reproducible and precise, and was applied to the determination of chromium and zinc in animal feed with satisfaction result.

Key words Animal Feed, Chrome, Zinc, AAS.

本刊论文发表的正常周期: 2—8 个月 ——您的发明创造得到“优先权”荣誉的必要保障

缩短论文发表周期,是尽早实现学术论文的社会效益的前提,也是作者创造性劳动得到尊重、为我在世界上取得“优先权”荣誉的必要保障,因为发明创造的“优先权”通常是以出版时间为准的。因此,本刊在严格保证质量的条件下,把尽快发表作者的论文,视为自己的神圣职责。

来稿要符合“《光谱实验室》投稿须知”(见本刊 1994—2003 年每年第 1 期)、特别是其中第 4—7 项要求,做到“齐、清、定”。“齐”即全稿包括表、图和照片等齐全,符合本刊对稿件的各项要求;“清”即书写清楚,段落分明,便于排版和校对;“定”即做到稿件内容完整,在排校过程中无须增删修改)是保证论文质量不可缺少的条件。如果您希望论文早日发表(如 2—8 个月),请务必按“须知”写稿。

如果来稿附有同行专家评语及单位推荐信,论文还可以更快发表(0.5—2 个月)。

来稿请用 Word 或北大方正排版,用电子邮件发到本部电子信箱[E-mail: 1) gpsys@263.net; 2) gpsys81@citiz.net; 3) gpsys@chinajournal.net.cn; 4) gpsys@periodicals.net.cn]。为避免某一电子信箱的服务器发生故障而延误收稿,建议作者向本刊几个信箱同时发送电子邮件,并请作者发了邮件后,打电话通知编辑部,以便及时查询;在尚未开通电子邮件业务的情况下,作者也可向本刊投稿处直接邮寄纸质稿件两份。稿件邮寄地址:北京市 81 信箱 66 分箱 《光谱实验室》编辑部联络处 刘建林,100095。

本刊收到作者来稿后,都会及时(1—3 日)回信,并发出“关于收到稿件的通知”。因此,作者发送稿件后 10 日以上都没有消息,一定要及时来电查询。

一篇论文出版,常常需要反复沟通“作者→编辑部→审者→编辑部→作者”之间的联系,其中与作者的联系是最重要的一环,一旦脱节,必然中断编辑过程。因此作者来稿时,务必将联系人的详细地址、办公室和家中的电话、手机号码、传真号码和电子信箱等(通讯方式要尽可能全)告诉编辑部,以便能与您及时联系。否则,由此而耽误出版由作者自己负责。

《光谱实验室》编辑部