

火焰原子吸收分光光度法测定饲料中的钙含量

姚源生

(湖南省怀化市产品质量监督检验所, 怀化 418000)

摘要 采用硝酸锶作干扰抑制剂, 不经分离, 直接用火焰原子吸收分光光度法测定饲料中的钙含量。该方法的线性范围为 $0 \sim 7.0 \mu\text{g}/\text{mL}$, 线性回归方程为 $A = 37.5169c + 1.1143$, 相关系数 $r = 0.9998$, 相对标准偏差为 $0.59\% \sim 1.53\%$, 回收率为 $98\% \sim 100.5\%$ 。该方法简便、快速。

关键词 火焰原子吸收分光光度法 饲料 钙

钙是畜禽生长必需的元素, 钙缺乏、过剩或钙、磷比例失调均易使畜禽发病, 因此, 在饲养畜禽过程中, 必须对饲料中的钙含量进行严格控制和质量检验。由于饲料的成分复杂, 通常采用高锰酸钾法或 EDTA 容量法进行测定^[1], 这些方法操作繁琐, 费时。笔者通过试验发现, 在一定条件下, 用原子吸收法测定饲料中的钙含量时, 硝酸锶对饲料中的干扰成分具有很好的抑制作用, 可以不经分离, 直接用火焰原子吸收分光光度法测定饲料中的钙含量。方法操作简便、快捷, 线性范围宽, 选择性好, 结果准确、可靠。已成功地用于不同饲料中钙含量的测定。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

原子吸收光谱仪: GFU-202 型, 北京分析仪器厂;

钙标准储备液: $1.0 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。将基准碳酸钙于 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重, 准确称取 2.4970 g , 溶于 40 mL 盐酸溶液(1+3)中, 加热, 除尽二氧化碳, 冷却, 用水移入 1000 mL 容量瓶中并稀释至刻度, 摆匀, 备用。使用时, 用水稀释成 $100 \mu\text{g}/\text{mL}$ 钙工作溶液;

磷酸盐溶液: $50 \mu\text{g}/\text{mL}$ (以磷计)。将磷酸二氢钾于 105°C 下干燥 1 h , 冷却, 称取 0.2195 g 于 1000 mL 容量瓶中, 用适量水溶解, 加入 3 mL 硝酸, 用水稀释至刻度, 摆匀;

硝酸锶溶液: 50 g/L 。称取 50 g 硝酸锶, 用适量水溶解并稀释至 1000 mL ;

饲料样品: 怀化正大公司;

实验所用试剂均为分析纯;

实验用水为蒸馏水或去离子水。

1.2 仪器工作条件

波长: 422.7 nm ; 灯电流: 2.0 mA ; 光谱通带: 0.2 mm ; 乙炔流量: $1.0 \text{ L}/\text{min}$; 空气流量: $6.0 \text{ L}/$

min ; 火焰高度: 19 mm ; 工作方式: 双光束。

1.3 实验方法

准确称取 2 g 饲料样品(精确至 0.0002 g)于 50 mL 瓷坩埚中, 在电炉上小心炭化, 再将瓷坩埚置于高温炉中, 于 550°C 下灼烧 3 h , 取出, 冷却, 加入 10 mL 盐酸溶液(1+3)和数滴硝酸, 小心煮沸, 移入 100 mL 容量瓶中, 冷却至室温, 用水稀释至刻度, 摆匀, 制得样品溶液。

准确吸取 1.0 mL 样品溶液于 100 mL 容量瓶中, 加入 1.0 mL 硝酸锶溶液, 用水稀释至刻度, 摆匀, 于仪器工作条件下测定钙的吸光度, 用工作曲线法计算钙的含量。

2 结果与讨论

2.1 磷酸盐等成分的干扰

饲料产品中通常添加有磷酸盐、硫酸盐等物质, 并含有氟化物、硅酸盐等杂质。试验证实, 用原子吸收法测定钙含量时, 这些物质会产生严重干扰。有关的干扰试验证明, 这些成分的干扰与一定的化学反应和形成某种难离解、难挥发的化合物有关^[2]。试验发现, 当磷酸盐与氟化物、硅酸盐、硫酸盐共存时, 以磷酸盐的干扰为主, 即使少量的磷酸盐存在, 也会使钙的吸光度显著下降。氟化物、硅酸盐会使干扰有所加强, 而硫酸盐则在一定程度上会减轻干扰。

2.2 硝酸锶用量

试验表明, 用原子吸收法测定钙含量时, 硝酸锶对磷酸盐的干扰有抑制作用。随着硝酸锶用量的增加, 钙的吸光度增大, 当硝酸锶用量过大时, 钙的吸光度反而下降。当硝酸锶溶液用量为 $0.5 \sim 1.5 \text{ mL}$ 时, 对磷酸盐干扰的抑制作用最强, 钙的吸光度最大。本实验选择硝酸锶溶液的用量为 1.0 mL 。

2.3 酸度的影响

在实验条件下,考察了盐酸、硝酸用量对测定钙含量的影响。试验发现,在硝酸锶存在下,浓度小于3%的盐酸或浓度小于2%的硝酸对钙的测定没有干扰。

2.4 共存离子的影响

试验了饲料中常见共存离子的干扰情况。在实验条件下,测定 200 μg 钙,当相对误差在 $\pm 5\%$ 范围内时,下列离子量(μg)不干扰测定: SO_4^{2-} (5 000),
 SiO_3^{2-} 、 PO_4^{3-} (2 000), F^- 、 Cu^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Pb^{2+} 、
 Fe^{2+} 、 Fe^{3+} (1 000), Mn^{2+} 、 Mg^{2+} (500), Al^{3+} (400)。

2.5 工作曲线

依次准确吸取 0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0、7.0 mL 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 钙工作溶液于 100 mL 容量瓶中, 各加入 4.0 mL 磷酸盐溶液, 用水稀释至刻度, 摆匀, 于仪器工作条件下测定钙的吸光度。根据测定的吸光度 A 与对应的钙工作溶液浓度 c 绘制工作曲线。结果表明, 钙的浓度 c 在 0 ~ 7.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内与吸光度 A 呈良好线性关系, 线性回归方程为 $A = 37.5619c + 1.1143$, 相关系数 $r = 0.9998$ 。

2.6 样品分析

按实验方法对不同饲料样品进行测定,同时做

加标回收试验,样品测定结果和回收试验结果分别见表1 和表2。

表 1 饲料样品测定结果

| 样品名称 | 测定值/% | | | 平均值/% | 相对标准偏差/% |
|-------|--------------|--------------|------|-------|----------|
| 猪配合饲料 | 1.06 1.07 | 1.08 1.06 | 1.08 | 1.07 | 0.93 |
| 鸡配合饲料 | 0.98 0.97 | 0.98 0.98 | 0.98 | 0.98 | 0.59 |
| 鸭配合饲料 | 2.85 2.81 | 2.83 2.84 | 2.83 | 2.83 | 0.61 |
| 浓缩饲料 | 3.30 3.25 | 3.21 3.18 | 3.19 | 3.23 | 1.53 |

表2 回收试验结果

| 样品 编号 | 本底值/ μg | 加入量/ μg | 测定值/μg | | | 平均值/ μg | 回收率/ % |
|----------|------------|------------|--------|-----|-----|------------|-----------|
| 1 | 214 | 200 | 416 | 415 | 413 | 415 | 100.5 |
| 2 | 566 | 100 | 665 | 660 | 667 | 664 | 98 |

注:溶液总体积为 100 mL。

3 结语

采用硝酸锶作干扰抑制剂,不经分离,直接用火焰原子吸收分光光度法测定饲料中的钙含量,方法简便、快速,用于实际样品测定,效果良好。

参 考 文 献

- 1 GB/T 6436 - 1992 饲料中钙的测定方法
 - 2 李述信,等.原子吸收光谱分析中的干扰及消除方法.北京:北京大学出版社,1987,14

DETERMINATION OF CALCIUM IN FODDER BY FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY

Yao Yuansheng

(Huaihua Product Quality Supervision and Inspection Institute, Hunan Province, Huaihua 418000, China)

ABSTRACT A new method of determining calcium in fodder was proposed by flame atomic absorption spectrophotometry with $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ as the interference inhibitor. The linear range of the method is $0 \sim 7.0 \mu\text{g/mL}$, the regression equation is $A = 37.5169c + 1.1143$, the correlative coefficient is $r = 0.9998$, the relative standard deviation is $0.59\% \sim 1.53\%$ and the recovery is $98\% \sim 100.5\%$. The method is simple, rapid.

KEYWORDS flame atomic absorption spectrophotometry, fodder, calcium

(上接第8页)

DETERMINATION OF CHONDROITIN SULFATE BY REVERSED PHASE ION PAIR HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY

Niu Zengyuan, Zhang Xiaotu, Liu Gang, Sun Zhongsong

(Qingdao Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Qingdao 266002, China)

ABSTRACT Tetramethylammonium chloride is used as ion pair reagent, acetonitrile - 2. 28 mmol/L tetramethylammonium chloride aqueous solution (5: 95) is used as mobile phase, chondroitin sulfate is separated with impurities by C₁₈ column, the method for the determination of chondroitin sulfate by reversed phase ion pair high performance liquid chromatography was established. The linear range of the method is 0.4 ~ 0.8 μg, the recovery is 98.8% ~ 100.3%, the relative standard deviation is 0.17% ~ 0.53%. The precision and accuracy of the method is good.

KEYWORDS chondroitin sulfate, HPLC, determination