

饲料中铅测定方法的探讨

李宏¹, 杨汉卿¹, 陈莉¹, 陈瑛², 冯西辉¹

(1. 农业部饲料质量监督检验测试中心(西安), 西安 710016; 2. 铜川市印台区畜牧站, 陕西 铜川 727000)

摘要: 试验比较了 GB/T13080-2004 中的两种前处理方法(混合酸消解法和干灰化法)对铅测定结果的影响以及同一前处理条件下,采用火焰扣背景(氘灯)和火焰不扣背景对铅测定的差异;进一步探讨了在混合酸消解法处理下,当试液钙浓度在 240 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~ 4 800 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内对铅测定结果的影响。结果表明:在铅含量较低的样品中,氘灯扣背景比不扣背景的测定值小,而且差异较大。在铅含量较高的样品中,两者的结果差异小。但从回收率的结果上来看,两者较为接近;前处理方法的比较结果显示,混合酸消解法处理的样品的回收率和精确度要比干灰化法高。同时实验显示试样钙浓度在 240 ~ 4 800 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内对铅测定结果无显著影响。

关键词: 铅;扣背景;混合酸消解

中图分类号:S816.17

文献标识码:A

文章编号:1008-0864(2009)S1-0028-04

Discussion on Determination Method of Lead in Feed

LI Hong¹, YANG Han-qing¹, CHEN Li¹, CHEN Ying², FENG Xi-hui¹

(1. Feed Quality Supervision and Testing Center(Xi'an), Ministry of Agriculture, Xi'an 710016;

2. Tongchuan City Yintai District Animal Husbandry Station, Shaanxi Tongchuan 727000, China)

Abstract: The experiment compared the effects of two lead determination methods in GB/T13080-2004, and the differences between the results determined by the flame atomic absorption using deuterium lamp deducting background and non-deducting background; when the mixed acid is used to digest the samples, further discussion is made about whether the calcium concentration(its range is from 240 $\mu\text{g}/\text{mL}$ to 4 800 $\mu\text{g}/\text{mL}$) in tested solution can influence lead determination results. The results showed that: for the samples which has lower lead content, the results determined by the method using deduction background is lower than non-deduction background, they are significantly different from each other; for the samples which has higher lead content, the difference is not significant. However, the recoveries of these two methods are similar. The comparison result about preparation method shows that the recovery and accuracy of the method using mixed acid digestion is higher than the dry ash method. The experiments also showed that the calcium concentration has no significant effect on the lead detection calcium, when its concentration range from 240 $\mu\text{g}/\text{mL}$ to 4 800 $\mu\text{g}/\text{mL}$.

Key words: lead; deducting background; mixed acid digestion

铅是饲料中的有毒有害成分,是我国饲料安全卫生控制的重要指标之一。铅具有代谢蓄积性。动物长期摄入富含铅的饲料,铅就会在动物体内沉积。铅在动物体内的代谢较为缓慢,其半衰期约为 1 460 d,沉积在骨骼中的铅,其半衰期约为 10 年。铅不但能损害动物的中枢神经系统、毒害肝脏、脾脏等内脏器官,还能影响肾脏及淋巴等免疫系统,危及动物的生产和健康,人可以通过食物链而受到危害。因此,加强饲料中铅检测方法的研究和探索,对于准确测定饲料中铅的含

量和有效控制饲料中的重金属污染有着重要意义。

1 材料与方 法

1.1 仪器设备及实验材料

1.1.1 仪器设备 德国耶那 AAS vario6 原子吸收仪、氘灯与铅空心阴极灯;分析天平,感量为 0.000 1 g;实验室用样品粉碎机;可控温度的加热板。

收稿日期:2009-08-15;修回日期:2009-10-28

作者简介:李宏,畜牧师,主要从事饲料及畜产品质量安全检验工作。Tel:029-86253278;E-mail:lihong-1999@163.com

续表

处理方法 Treatments	重复数 Repeat number										平均值 Average	样品平 均本底 Average Background of samples	RSD (%)		
	n1	n2	n3	n4	n5	n6	n7	n8	n9	n10					
铅添加量(μg) Lead addition(μg)	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00				
	Mg/kg	19.79	19.48	18.92	18.58	19.34	19.24	19.10	19.01	19.46	18.94	19.19			
扣背景 Deduction background	回收率 (%) Recovery rate(%)	108.82	104.83	103.28	100.75	104.46	105.33	101.70	105.37	103.81	103.29	104.16	1.28	2.13	
酸消 解法 Acid digestion	扣背景 Non- deduction background	Mg/kg	22.62	22.30	21.99	21.61	22.22	21.80	21.62	22.41	21.87	21.69	22.01		
	回收率 (%) Recovery rate(%)	108.99	105.58	104.24	102.72	107.03	101.76	104.89	105.29	104.70	103.74	104.53	3.97	2.03	

就同一种处理两种测定模式而言,两者的回收率差异不大。

2.2 不同测定方法对铅测定结果的影响

如表 1 在前处方法的比较中,干灰化法对铅测定的回收率为 67.03% ~ 67.18%, RSD 为 8.48% ~ 8.95%;混合酸消解法对铅测定的回收率为 104.16% ~ 104.53%, RSD 为 2.03% ~ 2.13%。通过比较,我们认为混合酸消解法对铅的测定结果比干灰化法对铅测定结果的回收率高、精确度高。

2.3 试液钙浓度对铅测定的结果影响

从表 2 的结果得出,当试液中铅浓度一定时,随着试样中钙浓度由 240 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 增大到 4 800 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 时,对铅测定结果的影响不显著。这一现象表明:当铅含量很低的石粉添加到饲料中,并随着钙含量由 4 000 mg/kg 增大 80 000 mg/kg (相当于称取 6 g 样品处理定容到 100 mL,其钙浓度约为 240 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~ 4 800 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 时,对饲料中铅测定的结果影响不大。

表 2 不同钙浓度对铅测定结果的影响

Table 2 Effects of different calcium concentration on determination results.

重复数 Repeat number	钙浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$) Calcium concentration ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	铅添加总量(μg) Lead addition(μg)	铅测定结果(μg) Determination results of lead(μg)	平均值(μg) Average(μg)	标准偏差 Standard deviation	RSD (%)
n_0	0	100.00	104.4			
n_1	0	100.00	107.6			
n_2	0	100.00	105.4			
n_3	0	100.00	1 058	106.3	1.29	1.21
n_4	0	100.00	107.9			
n_5	0	100.00	106.7			
n_6	240	100.00	107.4			
n_7	480	100.00	109.8			
n_8	960	100.00	107.1			
n_9	1 440	100.00	107.5			
n_{10}	1 920	100.00	108.0	107.21	1.96	1.83
n_{11}	2 400	100.00	110.9			
n_{12}	2 880	100.00	107.6			
n_{13}	3 840	100.00	104.4			
n_{14}	4 800	100.00	109.3			

2.4 钙差异显著性检验——F 检验

理论假设:当试液中铅浓度一定时,铅的测定结果会随着试液中钙浓度的增大而变化,并利用统计原理分析钙浓度不增大与钙浓度增大两种情况下,对铅测定结果的影响差异显著与否。根据测定值计算, F 值 = 2.31 < F 表值 4.77, 差异不显著。再经 t 检验, t 计算值 = 1.26, 选择 95% 置信度, 查表自由度 20 时, t 表值为 1.72。由于 t 计算值 < t 表值, 所以钙浓度在 240 ~ 4 800 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内对铅测定结果的影响不显著。因而, 钙不是引起饲料中铅测定结果增高的主要因素。

3 讨论

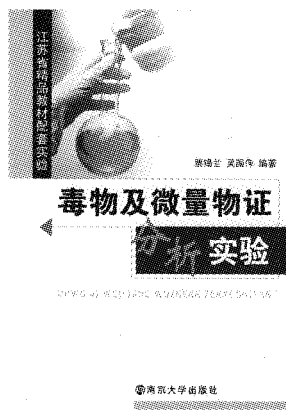
背景干扰主要是由分子吸收、光的散射和气体吸收而产生的, 其主要表现为表观吸光度增加, 使测定值偏高, 通过背景扣除可以消除干扰^[1]。

试验结果表明:在铅含量较低的同本底样品中, 采用同一处理, 火焰扣背景和火焰不扣背景测定值差异大, 而在铅含量较高的样品中, 火焰扣背景和火焰不扣背景测定结果差异小, 但就同一种处理两种测定模式的结果而言, 两者的回收率差异较为接近。两种模式下混合酸消解法比于灰化法对铅测定的回收率和精确度高。当试液钙浓度在 240 ~ 4 800 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内对铅测定无显著影响, 这一现象表明:当铅含量很低的石粉添加到饲料中, 并随着钙含量由 4 000 mg/kg 增大 80 000 mg/kg 时, 对饲料中铅测定的结果影响不大。因而, 钙不是引起饲料中铅测定结果增高的主要因素。

参 考 文 献

- [1] 夏玉主编. 化验员实用手册[M]. 北京: 化学工业出版社, 1993, 3.

【新书推介】



《毒物及微量物证分析实验》

蔡锡兰, 吴国萍 编著 南京大学出版社

出版日期: 2009.9

I S B N: 9787305063374

定 价: 33.00 元

开 本: 16 开

页 数: 299 页

本教材共分两篇。第一篇为总论, 共包括三章。第一章介绍毒物及微量物证分析实验的一般知识, 第二章阐述毒物及微量物证分析程序, 第三章归纳实验中常用的基本分析方法, 此章内容相对独立和完整, 可根据教学要求提前或推迟讲授, 也可结合具体实验讲授或学生自学。第二

篇是实验部分, 包括 40 个实验, 即第四章的毒物分析实验, 第五章的物证分析实验和第六章的综合设计实验。

该教材可供法化学、刑事科学技术、刑事侦查、治安等专业分析实验使用, 并可供从事毒物及微量物证分析工作的相关人员参考。