

饲料中钙对铅含量测定的影响

李 云, 魏 敏, 高庆军, 张 静

(农业部饲料质量监督检验测试中心(成都), 成都 610041)

摘 要:采用不同原子吸收光谱法对不同钙含量饲料中的铅含量进行测定, 试验了不同钙量对铅测定结果的影响, 比较了不同测定方法的测定结果, 考察了不同时间添加硫酸盐对测定结果的影响。结果表明, 饲料中的钙含量对铅的测定结果有较大影响, 不同测定方法结果差异较大, 且硫酸盐的存在会对测定结果造成一定干扰。

关键词:饲料; 钙; 铅; 含量测定

中图分类号: S816.17 文献标识码: A 文章编号: 1008-0864(2009)S1-0024-04

Impact of Calcium on the Determination of Lead in Feeds

LI Yun, WEI Min, GAO Qing-jun, ZHANG Jing

(Feed Quality Supervision and Testing Center(Chengdu), Ministry of Agriculture, Chengdu 610041, China)

Abstract: Different atomic absorption spectrometry had been used in determination of lead in feeds. The impact of calcium dose on determination of lead was studied. We compared the results of different determination methods, investigated the effect of sulfate adding time on the lead determination. The results showed that the calcium content of feed affected the lead determination results significantly. There are quite different results in different measurement methods and the presence of sulfate had interference on the determination results.

Key words: feeds; calcium; lead; determination

在 2008 上半年全国饲料产品质量安全监测结果中发现, 铅已成为影响饲料产品质量安全的主要因素之一, 其不合格率仅次于蛋白质居第二。通过汇总分析发现以下两个特点: 一是少部分省份的铅不合格率特别高; 二是在不合格的产品中, 以蛋禽等的高钙饲料居多。

1 材料和方法

1.1 仪器和设备

PE 公司 AA800 型原子吸收光谱仪, 工作条件为波长 283.3 nm, 灯电流 10 mA, 狭缝 0.7 nm, 积分时间 2.0 s, 乙炔流量 2.0 L/min, 空气流量 17.0 L/min。其他为实验室常用仪器设备。

1.2 试剂与试药

盐酸溶液; 铅标准贮备液: 于国家标物中心购买, 该溶液含铅量为 1 mg/mL, 于聚乙烯瓶中 4℃

保存; 铅标准工作液: 吸取 10.0 mL 铅标准贮备液, 加入 100 mL 容量瓶中, 加水至刻度, 此溶液含铅量为 100 $\mu\text{g/mL}$ 。工作液需当天使用当天配制。

1.3 样品前处理

1.3.1 饲料样品 准确称取样品 2 g, 灰化后, 用盐酸加热溶解残渣, 定容制成试样溶液, 与标准系列比较定量。

1.3.2 饲料添加剂原料 准确称取样品 2 g, 用盐酸加热溶解残渣, 定容制成试样溶液, 测定。

1.4 标准曲线

分别配制 0 $\mu\text{g/mL}$ 、1 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、3 $\mu\text{g/mL}$ 、4 $\mu\text{g/mL}$ 和 5 $\mu\text{g/mL}$ 的工作液于 100 mL 容量瓶中, 加入盐酸溶液 10 mL, 加水定容至刻度, 摇匀, 导入原子吸收分光光度计, 用空白液调零, 在 283.3 nm 波长处测定吸光度, 以吸光度为纵坐标, 浓度为横坐标, 绘制标准曲线。

2 结果与分析

2.1 不同含钙量饲料中铅的测定结果

分别测定蛋鸡饲料、蛋鸭饲料、猪禽配合饲料、蛋禽浓缩饲料和猪用浓缩饲料中铅的含量,采用火焰法不扣背景、火焰法气灯扣背景二种方法进行测定,其结果如表1。

结果显示,钙含量较高的饲料样品在扣背景

和不扣背景的方式下测定值差异较大,而钙含量较低的饲料样品的测定结果基本一致。上述结果表明:待测样品的钙含量对饲料中铅的测定结果有较大影响。

2.2 不同钙含量对测定结果的影响

由于各种饲料中钙含量差异较大,一般蛋禽饲料为3.0%~4.5%,其他配合饲料一般为0.7%~1.3%,而有的浓缩饲料则高达10%以上,为确定钙对铅测定的影响,分别称取0.5 g、

表1 不同含钙量饲料中铅的测定结果

Table 1 Determination of lead in feeds with different calcium contents.

样品名称 Sample	饲料中钙含量(%) Calcium content(%)	扣背景测量值(mg/kg) Button background(mg/kg)	未扣背景测量值(mg/kg) Unbutton background(mg/kg)	差值(mg/kg) Difference(mg/kg)
蛋鸡料 Egg-laying chicken feed	3.56	5.44	9.33	3.89
	3.39	4.72	10.94	6.22
	3.70	4.08	8.51	4.43
	3.98	4.31	10.14	5.83
	3.73	5.28	12.83	7.55
	3.91	5.92	12.37	6.45
	3.71	6.56	9.87	3.31
	3.70	3.00	8.67	5.67
蛋鸭料 Egg-laying duck feed	3.74	7.84	16.15	8.31
	2.90	0.78	1.31	0.53
	4.38	7.33	14.02	6.69
	4.12	2.97	3.58	0.61
	4.62	6.96	19.63	12.67
蛋禽浓缩料 Poultry concentrated feed	3.81	7.75	18.47	10.72
	11.7	48.34	69.4	21.06
	17.3	30.37	73.18	42.81
	9.8	15.75	43.53	27.78
猪用浓缩料 Pig concentrated feed	13.5	24.64	58.7	34.06
	20.4	41.76	102.55	60.79
	5.21	14.17	25.26	11.09
	3.46	10.56	24.37	13.81
猪配合饲料 Pig compound feed	6.58	17.36	29.95	12.59
	4.87	5.06	7.52	2.46
	6.30	4.4	12.82	8.42
	1.45	0.78	1.31	0.53
	1.16	2.62	2.69	0.07
禽配合饲料 (不含蛋禽料) Poultry compound feed	0.97	3.7	4.51	0.81
	1.28	4.12	5.31	1.19
	0.65	4.33	5.98	1.65
	0.59	2.16	2.21	0.05
禽配合饲料 (不含蛋禽料) Poultry compound feed	1.26	3.58	3.78	0.20
	0.83	5.79	6.03	0.24
	0.91	6.10	6.56	0.46
	1.34	4.35	5.98	1.63

1.0 g、1.5 g、2.0 g、2.5 g 和 3.0 g 优级纯的轻质碳酸钙进行测定,其结果如图 1。

由图 1 可见,随着溶剂中钙离子浓度的升高,对饲料中铅的测定结果影响越来越大。

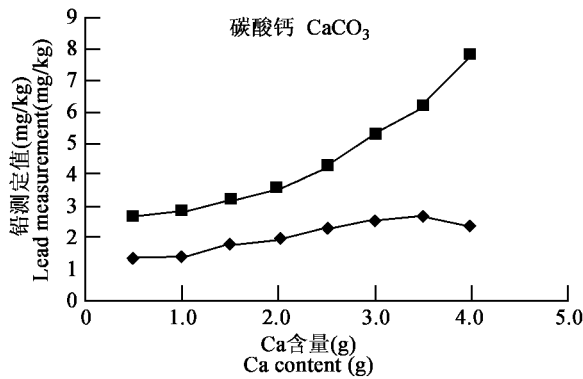


图 1 不同钙量对铅测定结果的影响

Fig.1 Effects of calcium content on lead measurement.

2.3 不同方式测定磷酸氢钙中的铅

取 5 个不同的磷酸氢钙样品,分别采用火焰法不扣背景、火焰法氙灯扣背景和石墨炉塞曼扣

背景三种方法进行测定。其结果表 2。

分别称取 0.5 g、1.0 g、1.5 g、2.0 g 和 2.5 g 磷酸氢钙采用火焰法不扣背景、火焰法氙灯扣背景进行测定,结果见图 2。

结果显示,火焰法不扣背景与火焰法氙灯扣背景及石墨炉塞曼扣背景比较,其算术平均差值达 28.08 mg/kg 和 36.56 mg/kg,这说明,磷酸氢钙对铅的测定有较大的干扰,干扰的背景值相对固定(浓度 ≤ 5 g/100 mL 时)。

2.4 硫酸盐对测定结果的影响

由于添加剂预混料中含有大量的硫酸盐,因此本方法也考察了不同时间硫酸盐对测定结果的影响。向含有 5 mg/kg 的铅标准溶液中加入 10 mL H₂SO₄。混合均匀后上机测定,得到了不同时间硫酸盐对铅测定结果的影响关系,结果见图 3。

从图 3 可以看出,随着时间的增加,硫酸盐对测定结果的影响逐渐趋于稳定,同时可以看到硫酸盐的存在使铅的测定结果偏低,会造成测定误差。

表 2 不同测定方式的铅测定结果

Table 2 The results of different methods.

测定方式 Methods	测定值 (mg/kg) Measurements (mg/kg)				
	样品一 Sample 1	样品二 Sample 2	样品三 Sample 3	样品四 Sample 4	样品五 Sample 5
火焰法不扣背景 Flame method, unbutton background	32.6	46.9	37.6	62.3	29.5
火焰法氙灯扣背景 Flame method(xenon), button background	12.9	16.5	11.9	21.0	6.2
石墨炉塞曼扣背景 Graphite crucible method, button background	2.3	5.1	6.1	7.9	4.7

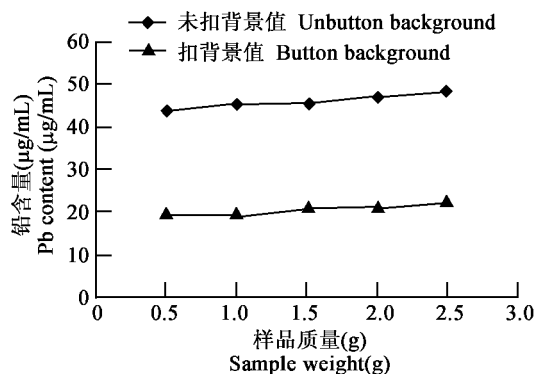


图 2 两种测定方法对铅测定结果的影响

Fig.2 Effect of two methods on the determination.

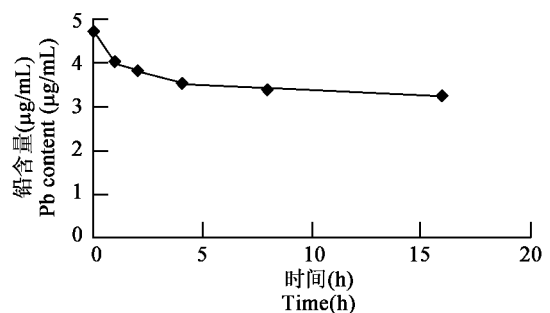


图 3 硫酸盐对测定结果的影响

Fig.3 Effect of sulfate content on the determination results.

3 讨论

由于饲料基体复杂,各种干扰物质较多,为准确测定饲料中的铅,在采用国家标准 GB/T 13080-2004 时,必须在氘灯扣背景的模式下进行。特别是含钙高的饲料更应如此。如使用型号较落后、灵敏度低的仪器,可采用甲基异丁酮萃取的方法来进行测定,有利于对低浓度样品进行检测。由于铁(干扰线 Fe 216.7 nm)和铜(干扰线 Cu 216.5 nm)的干扰,一般不采用分析线 217.0 nm 进行分析。

在饲料中铅的测定过程中,硫酸盐、二氧化硅都会与痕量的铅形成共沉淀和后沉淀,从而干扰

测定。随陈化时间的延长,溶液中的硫酸盐、二氧化硅对测定的干扰作用越明显,因此必须采取措施给予消除。可采用过滤、减少称样量等方法进行,而减量 and 过滤等均不利于铅的测定,最好的方法是处理后立即测定以消除干扰。

参 考 文 献

- [1] 林海琳,林海丹. 矿物质饲料添加剂中重金属铅的测定[J]. 中国饲料,1998,13:23-24.
- [2] 吴燕凌,张优珍. 饲料级硫酸铜铅测定方法的探讨* 原子吸收分光光度法[J]. 广东化工,2004,31(5):8-10.
- [3] 李述信. 原子吸收光谱分析中的干扰及消除方法[M]. 北京:北京大学出版社,1998,95-101.

【新书推介】



《饲料毒物学附毒物分析》

齐德生 主编 科学出版社

出版日期: 2009.7

I S B N: 9787030240880

定 价: 33.00 元

开 本: 16 开

页 数: 288 页

本教材主要阐述了饲料中有毒有害物质的来源、种类、水平、危害特点和机制、检验方法,以及饲料的安全利用和饲料卫生质量监督管理等问题。主要内容有:饲料毒物学基础,青绿饲料中的有害物质,豆类、谷实类饲料中共同存在的有害物质,能量饲料中的有害物质,蛋白质饲料中的有害物质,矿物质饲料、动物性饲料和饲料添加剂的毒性问题,霉菌毒素对饲料的污染,有

毒金属元素对饲料的污染,农药对饲料的污染,其他化学物质对饲料的污染,饲料安全卫生质量的监督管理,饲料毒物的毒性实验方法和常见有毒有害物质的检验方法。

本教材内容精练,全面系统,不仅适合高等农业院校动物科学专业、动物营养与饲料加工专业、动物医学专业的教学,也可供相关领域的科研、生产及行政管理人员参考。