

原子吸收分光光度计测定猪饲料中重金属含量

AAS-008

摘要：采用AA6300C并参考国标GB/T13088-2006、GB/T13080-2004、GB/T13885-9建立了猪饲料中铜、锌、铁、铅的测定方法，结果表明，铜、铁、铅在0~5mg/L，锌在0~0.5mg/L范围内有良好的线性关系，方法检测限分别为0.033 mg/L、0.034 mg/L、0.065 mg/L、0.016 mg/L，回收率在90%~100%之间，该方法具有灵敏度高操作简便等优点，能够满足饲料中重金属的测定要求。

关键词：原子吸收 饲料 铜 锌 铁 铅

猪肉是人民日常生活中主要的副食品，而猪饲料作为食品安全生产的关键一环，其安全性是关系国计民生的大事，猪饲料产品是否安全不仅关系到养猪业的生产安全，也关系到食品安全和人民健康。铜、锌、铁等微量元素是猪生长发育必需的营养成分，铜能促进猪的采食量，让猪长得快；锌在保护动物皮肤和毛发健康、维持正常的繁殖机能起着重要作用；猪缺铁可导致猪摄食量少，生长缓慢。为了促进猪的快速生长，许多养殖户会使用高铜、锌、铁饲料，而人食用高含量重金属猪肉产品后会产生一系列慢性中毒症状，重金属超标对养猪业的危害远远超过瘦肉精。但目前我国《饲料卫生标准》中对铜等重金属的含量并没有明确限定，所以对饲料生产进行进一步的规范，加强铜等重金属元素的安全监督对饲料业、养殖业、环境和人民健康有着重大而深远的意义。

本文采用岛津AA6300C并参考国家标准GB/T13088-2006，GB/T13080-2004，GB/T13885-92建立了猪饲料中铜、铁、锌、铅测定方法。

实验部分

1.1 仪器配置

AA 6300C 空气压缩机 乙炔气

1.2 实验条件

元素：	铜	锌	铁	铅
波长(nm)：	324.8	213.9	248.3	283.3
狭缝(nm)：	0.7	0.7	0.2	0.7
点灯方式：	BGC-D ₂	BGC-D ₂	BGC-D ₂	BGC-D ₂
燃烧头高(mm)：	7	7	9	7
燃气流量(L/min)：	1.8	2.0	2.2	2.0
助燃气流量(L/min)：	15	15	15	15

1.3 试剂

浓硝酸 高氯酸
铜标液 锌标液 铁标液 铅标液

1.4 样品前处理

称约1 g样品(精确至0.0001 g)于100 mL烧杯中，加水润湿，加10 mL硝酸，静置2 h，加入5 mL高氯酸，于电热板上温度低于250℃加热至冒白烟为止，冷却后将消解液转移至50 mL容量瓶中，用纯水定容至刻度，摇匀，用无灰滤纸过滤并稀释相应倍数待测。按同样方法制备试样空白。

实验结果

2.1 标准曲线

铜标准工作曲线(0.0, 1.0, 2.0, 5.0 mg/L)

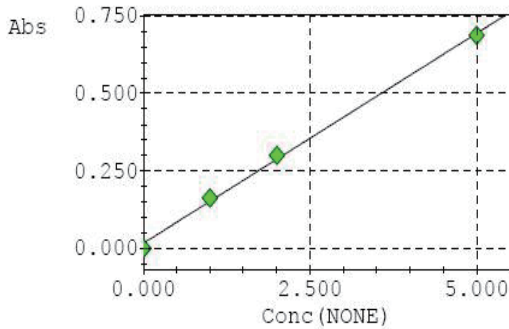


图1 铜工作曲线图

锌标准工作曲线(0.0, 0.1, 0.2, 0.5 mg/L)

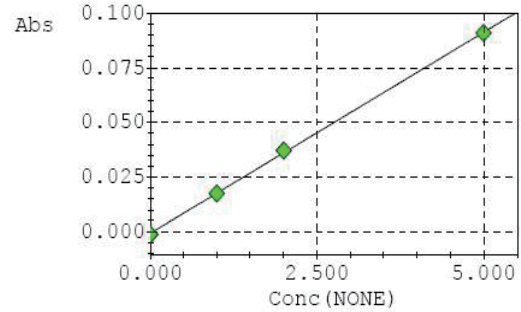


图4 铅工作曲线图

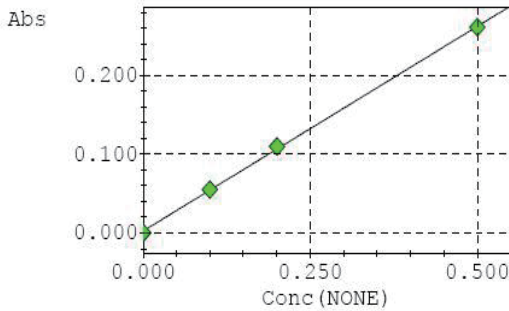


图2 锌工作曲线图

铁标准工作曲线(0.0, 1.0, 2.0, 5.0 mg/L)

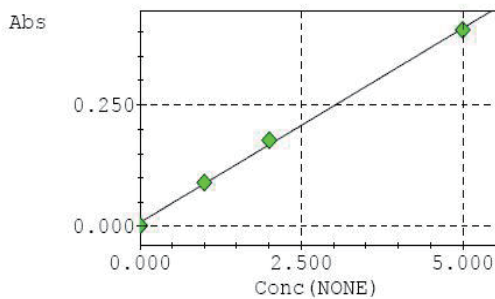


图3 铁工作曲线图

铅标准工作曲线(0.0, 1.0, 2.0, 5.0 mg/L)

2.2 样品测定结果

分别测定某预混合饲料1和预混合饲料2中的铜、铁、铅、锌，测定结果如下：

表1 样品测定结果

样品	铜	RSD%	锌	RSD%
饲料 1	1.34%	0.53	2.62%	0.28
饲料 2	0.64%	0.67	0.49%	0.57
样品	铁	RSD%	铅	RSD%
饲料 1	0.59%	0.23	N.D	47.14
饲料 2	0.89%	0.14	2.6mg/L	1.86

2.3 检测限及加标回收率

在选定条件下对试样空白则定11次，根据3倍的标准偏差除以曲线斜率算得方法检测限为：

表2 各元素检测限值(单位: mg/L)

元素	铜	锌	铁	铅
检测限	0.033	0.016	0.034	0.065

称0.9986 g预混合饲料2加入1000 mg/L铜标液3 mL，锌标液3 mL，铁标液2 mL，铅标液1 mL后按同样前处理方法，进行加标回收率实验，回收率数据如下表3所示：

表3 样品回收率

样品名称	元素	测定值	加标量	测定总量	回收率
	铜	0.64%	0.30%	0.91%	90%
预混合	锌	0.49%	0.30%	0.79%	100%
饲料 2	铁	0.89%	0.20%	1.08%	95%
	铅	2.6mg/L	0.10%	0.10%	100%

讨论

3.1 不同前处理方法的比较

饲料的前处理方法包括干灰化、湿法消解和微波消解法，实验结果表明不同消化方法对铜、锌、铁、铅含量的测定无显著影响，三种前处理方法准确度均较高。与干灰化法相比，湿法消解的优点在于消化速度快，所需时间短，但消化所需的酸液量较大，在消化过程中易产生大量的有害气体，操作必须在通风橱中进行；干灰化法处理样品简便，所用酸试剂较少，但花费的时间长，而且温度对各元素有很大影响，当温度太低时，样品很难灰化完全，当温度太高时，某些易挥发元素容易损失；微波消解速度快，试剂消耗量少，避免了元素损失和样品的污染，但仪器价格昂贵，难以普及。综合比较本文选择了湿法消解的办法对样品进行前处理。

3.2 铁离子对锌测定的干扰

锌的分析波长为213.856 nm，铁在213.859 nm处会产生明显的吸收，两者的吸收谱线严重重叠。因此，在实际的微量锌元素的分析中，Fe元素引起的谱线干扰是一个必需考虑的因素。实验证明，0.5 mg/L 锌溶液中，当共存的铁浓度在60 mg/L以下时，对测定结果没有显著影响。当试样铁含量超过60 mg/L时可用自吸收灯进行光谱干扰校正。

总结

采用AA6300C并参考国标GB/T13088-2006、GB/T13080-2004、GB/T13885-9建立了猪饲料中铜、锌、铁、铅的测定方法，结果表明，铜、铁、铅在0~5 g/L，锌在0~0.5 mg/L范围内有良好的线性关系，方法检测限分别为0.033 mg/L、0.034 mg/L、0.065 mg/L、0.016 mg/L，回收率在90%~100%之间，能够满足饲料中重金属的测定要求，该方法具有灵敏度高，操作简便等优点。