

微波消解 ICP-AES 法测定配合饲料中无机元素

辛国省^{1,2}, 李爱华^{1,2}, 巫 亮^{1,2}, 邱小琮^{1,2}

(1. 宁夏大学生命科学学院, 宁夏 银川 750021; 2. 宁夏饲料工程技术研究中心, 宁夏 银川 750021)

摘要:采用 $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$ 酸溶体系对动物饲料样品进行微波密闭消解, 利用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)对样品中 Ca、S、P、K、Mg、Na、Fe、Cu、Mn 和 Zn 等无机元素含量进行测定。结果表明, 该方法的相对标准偏差均小于 5%; 通过添加标准回收试验, 回收率为 94.7%~114.3%。因此, 该方法具有良好的准确度和精密度, 通过验证分析数据的可靠性, 认为可满足动物饲料样品多元素同时检测的要求, 为研究动物饲料矿物质元素含量以及在生产中科学应用矿物质元素与添加剂提供技术支持。

关键词:动物饲料; 微波消解; 电感耦合等离子体发射光谱; 常量元素; 微量元素

中图分类号: S816.2

文献标识码: A

文章编号: 1001-0629(2011)07-1384-03

*¹ 饲料是动物获得矿物质元素的主要来源, 饲料中矿物质元素含量变化直接影响动物机体矿物质水平, 饲料中矿物质元素的缺乏或过量均可引起动物矿物质营养不平衡, 进而导致动物生产力下降, 产品品质降低以及潜在的环境污染^[1-5]。重视研究和监测动物饲料中矿物质元素含量, 对于在饲料生产中科学应用矿物质元素与添加剂, 保障畜禽健康, 提高畜禽生产力水平和产品品质以及减少环境污染等方面均有重要意义^[6-10]。然而, 当前饲料中矿物元素的测定主要集中于采用原子吸收光谱仪、称量分析、滴定分析、比色分析和化学沉淀等不同方法相结合, 对不同的检测指标需要有相应的仪器和方法, 这样对于待测指标多的样品来讲, 必然会出现操作繁琐、工作量大和费用高的现象^[11-14]。

电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)具有灵敏度高、动态范围宽、可同时测定多种元素等优点, 已被广泛应用于农业、食品、化工等无机元素的含量测定^[15-16]。微波密闭消解技术与传统消解技术相比具有加热快、升温高、消解能力强, 缩短溶样时间, 空白值低, 挥发损失少和样品污染低的特点, 提高分析的准确度和精密度, 同时可降低劳动强度^[17-20]。本研究采用微波密闭消解 ICP-AES 法对动物配合饲料中 12 种无机元素进行测定和分析, 筛选适合配合饲料样品消解的酸溶体系和方法, 验证分析数据的可靠性, 以期与研究动物饲料矿物质元素含量以及在生产中科学运用矿物质元素与添加剂提供技术支持。

1 材料与方法

1.1 实验仪器及操作参数 全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪(IRIS Advantage ER/S); WX-4000 型微波消解系统(上海屹尧微波化学技术有限公司生产), ICP-AES 操作: 采用 1.15 kW 功率, 载气流为 0.8 L/min, 辅助气流为 0.2 L/min, 冷却气流为 5.0 L/min, 溶液提升量为 2.5 mL/min, 冲洗时间为 20 s。

1.2 饲料样品 饲料分析样品为宁夏饲料工程技术研究中心提供的复合处理秸秆全价成型饲料, 其组成及营养成分见表 1。

表 1 待测饲料原料组成及营养成分

原料	组成(%)	营养成分	营养水平
干苜蓿	25.0	消化能(MJ/kg)	5.30
稻草	18.2	粗蛋白(%)	10.10
玉米	31.0	总磷(%)	0.31
棉籽粕	2.0	钙(%)	0.43
全棉籽	4.0		
玉米胚浆	10.0		
苹果粉	4.5		
复合尿素	1.8		
膨润土	3.0		
预混料	0.5		

* 收稿日期: 2010-09-17 接受日期: 2010-11-20
基金项目: 国家自然科学基金重点项目(30760175)
作者简介: 辛国省(1979-), 男, 山东安丘人, 讲师, 博士, 主要从事家畜矿物质营养学研究。
E-mail: xinguosheng@yahoo.com.cn
通信作者: 李爱华 E-mail: Aihuali8@nxu.edu.cn

1.3 试验试剂 HNO₃ 和 H₂O₂ 均为优级纯,去离子水(sartorius arium 611 UV),Ca、S、P、K、Mg、Na、Fe、Cu、Mn、Zn、Co、Mo 系列标准液。

1.4 样品制备及处理 饲料样品经烘干后粉碎,过 50 目筛,混匀备用,取 0.300 g 样品,按照微波消解程序(表 2)进行消解,消解好的样品用去离子水直接定容至 100 mL,摇匀待测。本研究采用 HNO₃-H₂O₂ 酸溶体系,在满足检测要求的条件下对消解酸溶剂的选择进行简化,操作方便,空白值降低,工作效率提高。

2 结果与讨论

2.1 分析波长的选择和检出限 ICP-AES 法对

每个元素的测定有多条可选择特征谱线,且具有同步背景校正功能,为此,试验中对每个元素选择 2~3 条特征谱线,综合分析其强度、干扰情况及稳定性,选择出谱线干扰少,精密度高的分析线(表 3)。

表 2 微波消解程序

消解试剂	5 mL HNO ₃	1 mL H ₂ O ₂
程序	1	2
功率(W)	600	900
时间(min)	5	5
温度(℃)	120	150
压力(kPa)	1 215.900	1 519.875

表 3 元素分析线和检出限

项目	Ca	S	P	K	Mg	Na	Fe	Cu	Mn	Zn	Co	Mo
谱线(nm)	317.9	180.7	185.9	766.4	280.2	589.5	259.9	327.3	257.6	213.8	228.6	204.5
检出限	0.008	0.022	0.02	0.005	0.008	0.006	0.004	0.009	0.003	0.005	0.004	0.005
平均值(μg/g)	4 452.40	1 885.20	3 222.90	6 545.80	3 423.60	1 305.50	374.00	12.64	74.75	35.10	0.34	0.62
RSD(%)	1.784	4.533	3.826	2.654	1.989	1.547	2.221	2.325	1.953	1.071	2.665	3.148

注:样本量 n=8。

2.2 饲料样品中各元素测定结果 将待测样品按照样品制备与处理方法平行 8 次,用 ICP-AES 进行测定。结果显示,所有测定结果的相对标准偏差均小于 5%,表现为较高的精密度,同时验证本方法具有较高的精确度(表 4)。

表 4 样品回收率测定

元素	加入量 (μg/g)	回收量 (μg/g)	回收率 (%)
Ca	40.0	39.140	97.9
S	20.0	22.860	114.3
P	40.0	37.870	94.7
K	50.0	51.150	102.3
Mg	40.0	41.130	102.8
Na	20.0	21.010	105.1
Fe	10.0	9.760	97.6
Cu	1.0	0.963	96.3
Mn	1.0	0.953	95.3
Zn	1.0	0.971	97.1
Co	0.2	0.213	106.5
Mo	0.2	0.213	106.5

2.3 加标回收试验 按照 1.4 方法处理样品,对饲料样品处理后进行加标回收试验。结果表明,回收率为 94.7%~114.3%,可见本方法有较高的准确度,可满足样品检测要求。

3 结论

采用微波消解技术和 ICP-AES 法对家畜配合饲料中无机元素 Ca、P、S、K、Mg、Na、Fe 和 Cu 等的含量进行了测定,相对偏差分析和加标回收试验证明了该方法具有良好的准确度和精密度,验证了分析数据的可靠性,可满足样品多元素指标同时检测要求。因此,对待检测矿物元素指标较多的饲料样品进行分析时可选用本方法,一定程度上可简化操作过程,降低劳动强度,提高样品分析效率。

参考文献

[1] Spears J W. Beef nutrition in the 21st century[J]. Animal Feed Science and Technology,1996,58:29-35.
[2] Creech B L, Spears J W, Flowers W L, *et al.* Effect of dietary trace mineral concentration and source (inorganic vs. chelated) on performance, mineral status, and fecal mineral excretion in pigs from weaning through

- finishing[J]. Journal of Animal Science, 2004, 82: 2140-2147.
- [3] Peterson A B, Orth M W, Goff J P, *et al.* Periparturient responses of multiparous holstein cows fed different dietary phosphorus concentrations prepartum[J]. Journal of Dairy Science, 2005, 88: 3582-3594.
- [4] Spears J W, Weiss W P. Role of antioxidants and trace elements in health and immunity of transition dairy cows[J]. The Veterinary Journal, 2008, 176: 70-76.
- [5] Xin G S, Long R J, Guo X S, *et al.* Blood mineral status of grazing Tibetan sheep in the Northeast of the Qinghai-Tibetan Plateau[J]. Livestock Science, 2011, 137: 102-107.
- [6] McDowell L R. Feeding minerals to cattle on pasture [J]. Animal Feed Science and Technology, 1996, 60: 274.
- [7] Long R J, Dong S K, Wei X H, *et al.* The effect of supplementary feeds on the bodyweight of yaks in cold season[J]. Livestock Production Science, 2005, 93: 197.
- [8] 辛国省, 胡征, 周围, 等. 微波密闭消解 ICP-AES 法测定土-草-畜系统中无机元素[J]. 光谱学与光谱分析, 2010, 30(2): 546-550.
- [9] Maleena I. Wood ash as mineral supplement for growing lambs under village conditions in the tropics[J]. Small Ruminant Research, 1999, 32: 191-194.
- [10] Ogebe P O, Ogunmodede B K, McDowell L R. Acceptability of mineral supplements by West African Dwarf goats [J]. Small Ruminant Research, 1996, 19: 193-200.
- [11] 刘坚, 李静威, 兰海, 等. 雪莲果不同部位的营养成分分析[J]. 草业学报, 2009, 18(4): 236-240.
- [12] 黄有得. 河曲马牧草和全血矿物质营养状况的研究[J]. 草业学报, 2000, 9(3): 32-35.
- [13] 屠焰, 刁其玉, 张蓉, 等. 杂交构树叶的饲用营养价值分析[J]. 草业科学, 2009, 26(6): 136-139.
- [14] 杨跃霞, 刘大林, 韩建国, 等. 外源 ABA 对 NaCl 胁迫下紫花苜蓿矿质元素和脯氨酸含量的影响[J]. 草业科学, 2010, 27(5): 57-61.
- [15] 孙勇, 杨刚, 张金平, 等. ICP-AES 法测定玉米秸秆中的微量元素含量[J]. 光谱学与光谱分析, 2007, 27(6): 371-373.
- [16] 方奕文, 郝志峰, 宋一兵, 等. ICP-AES 法测定六氟磷酸锂中 21 种杂质元素[J]. 光谱学与光谱分析, 2005, 25(2): 280-282.
- [17] Kuss H M, Fresenius. Applications of microwave digestion technique for elemental analysis[J]. Journal of Analytical Chemistry, 1992, 343: 788.
- [18] 金钦汉. 微波技术在分析化学中的应用[J]. 分析化学, 1998, 26(7): 668.
- [19] 陈素兰, 胡冠九, 陈波, 等. 微波消解 ICP-AES 法测定土壤及底泥等中常量及微量元素[J]. 干旱环境监测, 2006, 20(2): 69-72.
- [20] 韩超, 刘翠平, 詹秀明. 微波消解一等离子体原子发射光谱法测定羊栖菜中的微量元素[J]. 分析科学学报, 2008, 24(1): 91-93.

Determination of inorganic elements in formula feed by microwave digestion ICP-AES

XIN Guo-sheng^{1,2}, LI Ai-hua^{1,2}, WU Liang^{1,2}, QIU Xiao-cong^{1,2}

(1. School of Life Science, Ningxia University, Ningxia Yinchuan 750021, China;

2. Ningxia Feed Engineering Technology Research Center, Ningxia Yinchuan 750021, China)

Abstract: The experiment was conducted to determine the contents of inorganic elements including Ca, S, P, K, Mg, Na, Fe, Cu, Mn, Zn, Co, and Mo in formula feed from Ningxia University by ICP-AES using high pressure system-sealed microwave digestion. The sample of feed was digested with HNO₃-H₂O₂ acids system. The operation would be simplified, and the blank value would be decreased following the above measures. This study showed that the relative standard deviation was below 5% for all the elements. The recovery was between 94.7% and 114.3% by adding standard recovery experiment. This study found that the method of sealed microwave digestion ICP-AES was sensitive, precise, easily operational and rapid on the determination of inorganic elements in animal formula feed, satisfying the sample examination requirement, which would provide useful technology for determining the contents of mineral elements in animal formula feed, and the application of mineral additive in animal production.

Key words: formula feed; microwave digestion; ICP-AES; macro elements; trace elements