

微波消解玉米饲料检测磷含量

1 前言

玉米饲料是一种极具开发潜力的蛋白质原料,不但可以缓解我国蛋白质资源缺乏的现状,而且还可以降低饲料成本,提高畜禽养殖经济效益。玉米饲料不仅蛋白质含量高,还含有多种微量元素,各种微量元素对动物生长发育的作用各不相同,其中磷元素对动物骨骼系统的发育及维持具有重要作用,同时还是许多器官的有机组成成分,其含量也是作为评价饲料营养品质的重要指标。根据国家标准(GB/T 6437-2018),我们采用微波消解法对玉米饲料进行消解,采用紫外可见荧光分光光度法对玉米饲料中的磷含量进行分析测定,实现了对玉米饲料中磷含量的有效检测。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 TANK PLUS 微波消解仪, i5 紫外可见分光光度计, 赶酸器, 分析天平(十万分之一)



2.2 试剂

硝酸(68%), 氢氟酸(40%), 磷酸二氢钾, 偏钒酸铵, 钼酸铵

3 实验方法

3.1 磷标准储备液配制

取磷酸二氢钾在 105℃ 烘箱中干燥 1h，于干燥器中冷却，称取 0.2195g 磷酸二氢钾溶于水中，转移至 1000 mL 容量瓶，加入 3mL 硝酸加水稀释至刻度，摇匀于 4℃ 环境下保存。

3.2 钒钼酸铵显色剂配制

称取 1.25g 偏钒酸铵于 200mL 水中加热溶解，冷却后加入 250mL 硝酸，另称取 25g 钼酸铵于 400mL 水中加热溶解，冷却后将两种溶液混合，加水稀释至 1000mL，避光保存，若生成沉淀则不能使用。

3.3 磷标线工作液的制备

准确移取磷标准储备液 0mL、2mL、5mL、10mL、15mL 于 50mL 容量瓶中，加入钒钼酸铵显色剂 10mL，加水稀释至刻度，摇匀，常温下放置 10min 以上，以 0mL 磷标准溶液为参比，用 1cm 比色皿在 400nm 波长下用 i5 紫外可见分光光度计测各溶液的吸光度。以磷含量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

3.4 微波消解玉米

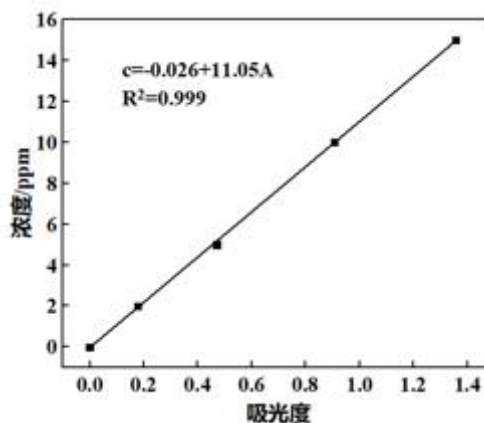
使用硝酸作为实验的消解试剂，称取四种玉米样品 0.25g（精确至 0.01mg）于消解罐，每种玉米饲料平行两组实验，随同添加试剂空白，加入 8mL 硝酸，静置 5min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	爬坡时间/min	压力/MPa	温度/℃	保温时间/min
1	7	3.5	150	2
2	3	3.5	170	2
3	5	3.5	190	20

实验结束后，待冷却至 60℃ 以下，将消解罐转移至通风橱中，缓慢打开罐盖静置 5min，150℃ 赶酸至剩余液体 0.5mL 左右，加水定容至 50mL 容量瓶，继续移取 6mL 溶液转移 25mL 容量瓶，加入 5mL 显色剂，定容至 25mL，测试吸光度，计算磷含量。

3.5 实验数据

浓度/ppm	吸光度
0	-0.001
2	0.177
5	0.470
10	0.906
15	1.357



名称	编号	取样量/g	浓度/ppm	磷含量/%
玉米	1	0.2515	4.602	0.229
		0.2523	4.790	0.238
	2	0.2509	4.344	0.216
		0.2502	4.251	0.211
	3	0.2517	5.074	0.252
		0.2511	5.313	0.264
	4	0.2502	5.351	0.266
		0.2528	5.261	0.260
	空白	/	0.001	/

4 结果

使用硝酸对玉米饲料样品进行消解实验，取样量为 0.25g，最高实验温度 190℃，保温 20min，实验最高压力在 2MPa 左右，样品可完全消解。使用紫外分光光度计法测试四种玉米饲料磷含量约在 0.25%左右，符合常见玉米饲料的磷含量范围。