

微波消解豆粕及磷含量的检测

1 前言

饲料是动物获得充足的营养元素的重要来源，若饲料中所必须的微量元素过量或不足，会影响禽畜的生长，影响禽畜的品质，进而影响人体健康。饲料中的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豆粕饲料进行消解，采用紫外可见荧光分光光度法对豆粕饲料中的磷含量进行分析测定，实现了对豆粕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 微波消解豆粕

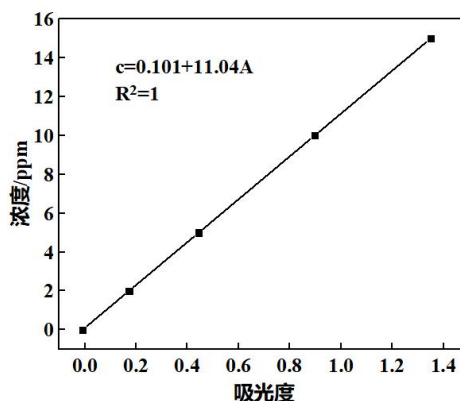
使用硝酸作为实验的消解试剂，称取四种豆粕样品 0.25g（精确至 0.01mg）于消解罐，每种豆粕平行两组实验，随同添加试剂空白，加入 8mL 硝酸，静置 5min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

| 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 | -0.009 |
| 2 | 0.172 |
| 5 | 0.444 |
| 10 | 0.897 |
| 15 | 1.350 |



| 名称 | 编号 | 取样量/g | 浓度/ppm | 磷含量/% | |
|----|----|--------|--------|-------|---|
| 豆粕 | 1 | 0.2532 | 7.429 | 0.612 | |
| | | 0.2529 | 7.552 | 0.621 | |
| | 2 | 0.2514 | 7.468 | 0.615 | |
| | | 0.2538 | 7.792 | 0.642 | |
| | 3 | 0.2527 | 7.181 | 0.591 | |
| | | 0.2528 | 7.039 | 0.580 | |
| | 4 | 0.2528 | 7.490 | 0.617 | |
| | | 0.2517 | 7.557 | 0.622 | |
| | 空白 | / | / | 0.001 | / |

4 结果

使用硝酸对豆粕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豆粕饲料磷含量约在 0.6%左右，符合常见豆粕饲料的磷含量范围。