

微波消解饲料添加剂

贾腾, 陈硕, 张绍辉, 王伟伟, 陈京祥

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 250104)

摘要:使用微波消解饲料添加剂, 试验结果表明: 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 添加剂;微波消解

饲料添加剂是指在饲料生产加工、使用过程中添加的少量或微量物质, 在饲料中用量很少但作用显著。饲料添加剂是现代饲料工业必然使用的原料, 对强化基础饲料营养价值, 提高动物生产性能, 保证动物健康, 节省饲料成本, 改善畜产品品质等方面有明显的效果。然而在饲料添加剂生产过程中, 可能会引入重金属元素, 一旦其含量超标将会危害动物健康, 并进一步危害大众的健康。为了防止重金属元素在饲料中的滥用, 国标对一些常见的重金属元素添加剂量进行了明确规定。

本消解方案可用于 AAS、ICP 等对饲料添加剂中铅、镉等痕量元素检测的前处理过程, 根据待测金属元素的相对含量和不同检测方法, 可酌情改变取样量。微波消解作为一种先进、高效的样品处理方法, 能够很好地满足饲料行业重金属分析对样品处理过程的要求, 尤其在易挥发元素的分析检测中更具有优势。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

新仪 TANK 系列微波消解仪

分析天平(十万分之一)

移液管

1.2 试剂

浓硝酸(68%)

2 实验方法

2.1 氨基酸锌络合物

氨基酸络合锌作为新一代的含锌饲料添加剂, 具有化学结构稳定、消化吸收率高和生物学效价高等优点, 其消解方法如下:

称取 5g 样品于坩埚中, 先在 550°C 下高温灰化 1h。再用酸溶解, 加入 10 mL 硝酸, 静置 5min

后组装完成，按以下参数设定进行消解。

温度 (°C)	压力 (psi)	升温时间 (min)	保温时间 (min)
180	350	10	15

2.2 碱式氯化铜

铜是动物必需的一种微量元素，饲料中添加高铜（250mg/kg）能提高断奶仔猪的日增重、采食量和饲料效率，因此目前国内在猪饲料中大多添加高剂量的硫酸铜，其消解方法如下：

称取 5g 样品，缓慢加入 10 mL 硝酸，以免反应过于剧烈而将样品冲出。静置 5min 后组装完成，按以下参数设定进行消解。

温度 (°C)	压力 (psi)	升温时间 (min)	保温时间 (min)
180	350	10	15

2.3 磷酸氢钙

饲料级磷酸氢钙主要应用于饲料加工中作为磷、钙的补充剂。由于其中的磷钙比与动物骨骼中磷钙比最为接近，并且能够全部溶于动物胃酸中，饲料级磷酸氢钙是目前国内外公认的最好的饲料矿物添加剂之一，其消解方法如下：

称取 5g 样品，缓慢加入 10 mL 硝酸，以免反应过于剧烈而将样品冲出。静置 5min 后组装完成，按以下参数设定进行消解。

温度 (°C)	压力 (psi)	升温时间 (min)	保温时间 (min)
180	350	10	15

2.4 酶制剂

饲料用酶制剂是一种饲料添加剂，该添加剂能够提高动物对饲料的消化、利用或改善动物体内的代谢效能而加入饲料中的酶类物质，其消解方法如下：

称取 5g 样品于坩埚中，先在 550°C 下高温灰化 1h，再用酸溶解，加入 10 mL 硝酸，静置 5min 后组装完成，按以下参数设定进行消解。

温度 (°C)	压力 (psi)	升温时间 (min)	保温时间 (min)
180	350	10	15

2.5 石粉

饲料中石粉，是动物补钙剂，主要成份是碳酸钙，含钙量在 38 % 以上，镁含量在 0.5% 以下，其它重金属含量在国标以内，方可做饲料钙的补充剂，在生长畜禽配合饲料中用到

1-2%，而在蛋禽中用到 6-10%。

称取 5g 样品，缓慢加入 10 mL 硝酸，以免反应过于剧烈而将样品冲出。静置 5min 后组装完成进行消解：

温度 (°C)	压力 (psi)	升温时间 (min)	保温时间 (min)
180	350	10	15

消解后，若依然存在少量白色沉淀可以加入氢氟酸进行赶酸，或者进行过滤或者离心操作即可。

2.6 氧化锌

饲料级氧化锌 (ZnO)，是锌的一种氧化物。难溶于水，可溶于酸和强碱。它是一种常用的化学添加剂，相对其他品种的氧化锌，它在指标上有特殊要求：氧化锌含量不能低于 95%，锌含量不能低于 76.3%，重金属含量铅，砷，镉都不能大于 10 个 ppm。对生产工艺要求比较高，直接法的卫生指标都达不到，只能用湿法，并经过多次置换和还原，严格工艺控制，才能达到相应的指标要求。

温度 (°C)	压力 (psi)	升温时间 (min)	保温时间 (min)
180	350	10	15

3 结论

消解后溶液澄清透明，加水稀释仍无明显不溶物，可判定消解完全。

4 注意事项

随着罐数的增加，升温时间可以适当的延长，使之能够在预设的时间内达到目标温度，若升温缓慢或者迟迟无法达到预设温度，则检查主控罐是否存在漏气。消解结果以消解液澄清程度而定，是定性而非定量的结论，因样品种类、来源、取样量等原因，消解程序可能需要适当调整，此方案只供大家参考，用户可根据具体情况和经验优化消解方案。