

申爱华,李保全,肖云峰,等.分光光度法测定饲料级磷酸氢钙中磷的含量[J].江苏农业科学,2013,41(12):327-328.

分光光度法测定饲料级磷酸氢钙中磷的含量

申爱华,李保全,肖云峰,齐梅,卓成龙

(江苏省农业科学院六合动物科学基地,江苏南京 211501)

摘要:应用分光光度法测定饲料级磷酸氢钙中磷的含量,结果表明,该方法检测磷酸氢钙中磷含量准确度、精密度都较高,较 GB/T 22549—2008《饲料级 磷酸氢钙》中喹钼柠酮重量法更加简便、快速。

关键词:磷酸氢钙;磷含量;分光光度法;准确度

中图分类号: S816.71 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2013)12-0327-02

现行 GB/T 22549—2008《饲料级 磷酸氢钙》中,检测磷酸氢钙中磷含量的方法是重量法,检测原理是:在酸性溶液中,磷酸根全部与加入的喹钼柠酮沉淀剂形成沉淀物质,通过过滤、烘干、称量,计算磷含量。用重量法测定磷的含量,方法成熟,结果准确,但是操作繁琐、费时(3 h 以上),且在喹钼柠酮沉淀剂中,喹啉(C_9H_7N)和丙酮(C_3H_6O)都是危险化学品,对人体有害。丙酮是一种水溶性高分子聚合物,有中度毒性,可以作为生产冰毒的原料,属于管制化学品,丙酮可经呼吸道、消化道和皮肤被人体吸收,在接触较多的情况下可导致中毒。用重量法检测磷酸氢钙中磷的含量,在实际应用中不能适应生产和科研对分析工作的简捷和安全的要求,因此,需要一种快捷和安全的方法来替代。目前,在饲料生产和检验中,GB/T 6437—2002《饲料中总磷的测定》使用分光光度法测定饲料中的磷含量,其原理是:先将饲料样品中的有机物破坏,

使饲料中的磷游离出来,在酸性溶液中用钒钼酸铵处理,生成黄色的 $(NH_4)_3PO_4VO_3 \cdot 16MoO_3$,在波长 400 nm 处比色测定。与 GB/T 22549—2008《饲料级 磷酸氢钙》的重量法相比,分光光度法既简单又方便,如能用在磷酸氢钙中磷含量的测定上,将会给生产和检验工作带来极大方便。以往研究中应用分光光度法检测饲料级磷酸氢钙中磷含量的条件是波长 400 nm、放置 3 min^[1-2]。本研究开展对比试验,从精密度和准确度两方面对分光光度法进行改进,以期缩短检测时间,并且保证试验结果的准确性。

1 材料与方法

1.1 试验原理

磷酸氢钙经酸处理后,其中的磷与钒钼酸铵显色剂生成黄色的 $(NH_4)_3PO_4VO_3 \cdot 16MoO_3$,在波长 420 nm 处比色测定。

1.2 材料与试剂

1.2.1 盐酸溶液 盐酸(分析纯)与水按体积比 3:1 配制。

1.2.2 钒钼酸铵显色剂 称取偏钒酸铵 1.25 g,加水 200 mL 加热溶解,冷却后再加入 250 mL 硝酸。另称取钼酸铵 25 g,加水 400 mL 加热溶解。冷却后,将 2 种溶液混合,用水定容至 1 L。避光保存,若生成沉淀,则不能继续使用。

均达极显著水平($P < 0.01$)。不同产地安溪铁观音生化成分与感官品质的相关关系有待进一步研究。

参考文献:

- [1]黄东方.不同品质风格安溪铁观音采制技术[J].中国茶叶,2008,30(7):20-21.
- [2]林文士.清香型安溪铁观音特殊品质形成的加工工艺[J].安徽农学通报,2009,15(5):194-195.
- [3]赖立彩,董夫湊.茶园测土配方施肥技术[J].农业科技通讯,2010(8):176-177.
- [4]官发松,林忠平.铁观音优质高效栽培技术[J].福建茶叶,2010(9):38-39.
- [5]陈洪德,陈清宝,张明泰.安溪县不同地域铁观音茶采制及品质差异[J].中国茶叶加工,2005(2):40-41.
- [6]苏鹏鸣.安溪铁观音不同地域茶叶品质特征分析[J].福建茶叶,2011,33(6):42-44.
- [7]黄意欢.茶学实验技术[M].北京:中国农业出版社,1997.

表 6 铁观音感官品质与酚氨比的相关性

	茶多酚/氨基酸	
	相关系数	P 值(双尾)
茶多酚/氨基酸	1	
外形 20%	0.407	0.168
香气 30%	0.488	0.108
汤色 5%	0.491	0.088
滋味 35%	0.501	0.097
叶底 10%	0.544	0.055
总分	0.486	0.109

3 小结

祥华、剑斗、金谷、感德等安溪县 8 个不同产地的安溪铁观音春茶,其茶多酚、咖啡碱、氨基酸、水浸出物、酚氨比、黄酮类含量有极显著差异;8 个产地铁观音春茶的感官品质总分平均为 86.9,外形、汤色、滋味、叶底这 4 项组成因子差异性

1.2.3 磷标准液 将磷酸二氢钾在 105 ℃干燥 1 h,在干燥器中冷却后称取 0.219 5 g 溶于水,定量转入 1 L 容量瓶中,加硝酸 3 mL,用水稀释至刻度,摇匀,即为 50 μg/mL 磷标准液。

1.3 仪器与设备

分析天平:感量 0.000 1 g。752N 紫外可见分光光度计:可在波长 420 nm 处测定吸光度。比色皿:1 cm。容量瓶:50、100、1 000 mL。移液管:1、2、3、5、10 mL。烧杯:25、500、1 000 mL。可调温电炉:1 kW。数显电热鼓风干燥箱:50~300 ℃。

1.4 测定方法

1.4.1 样品制备 称取 0.1 g 样品置于 25 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸溶液溶解,移入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。

1.4.2 建立回归方程 分别移取磷标准液 0、1、2、4、6、8、10、12 mL 于 50 mL 容量瓶中,各加钒钼酸铵显色剂 10 mL,用水稀释至刻度,摇匀,常温下放置 10 min 以上,以 0 mL 磷标准液为参比,用 1 cm 比色皿在 420 nm 波长下用分光光度计测定各溶液的吸光度(表 1)。根据磷浓度和吸光度求出直线回归方程,运用 Excel 软件作图(图 1)^[3]。

表 1 磷浓度与吸光度的关系

磷浓度(μg/mL)	吸光度(D _{420 nm})
0	0.077
1	0.129
2	0.181
4	0.283
6	0.387
8	0.487
10	0.596
12	0.680

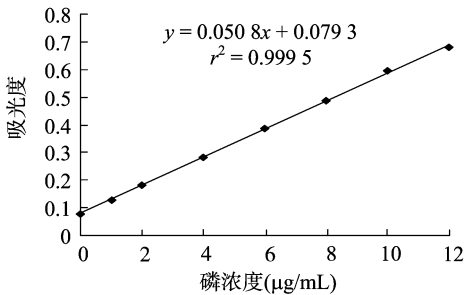


图1 磷浓度与吸光度的关系

1.4.3 样品测定 移取样品分解液 1 mL 于 50 mL 容量瓶中,加入钒钼酸铵显色剂 10 mL,用水稀释到刻度,摇匀,常温下放置 10 min 以上,用 1 cm 比色皿在 420 nm 波长下测定样品分解液的吸光度,根据回归方程按下式计算样品磷含量:

$$P = C \times V \times D \times 0.000\ 1/m。$$

式中:P 为磷含量(%);C 为回归方程求得的显色液磷浓度(μg/mL);V 为显色体积,50 mL;D 为分取倍数(定容体积:分取体积,100:1);0.000 1 是指将 μg/g 换算为百分含量的因数。

2 结果与分析

2.1 精密度试验结果

分析纯磷酸氢钙的分子式为 CaHPO₄·2H₂O,磷含量的理论值是 18.02%。由表 2 可见,2 个分析纯磷酸氢钙样品的实测值均与理论值接近,且变异系数小于 0.3%,说明该方法精密度高。

表 2 精密度试验结果

序号	磷含量(%)	
	分析纯磷酸氢钙 1 号	分析纯磷酸氢钙 2 号
1	18.03	17.94
2	17.98	17.91
3	18.01	18.01
4	18.04	18.03
5	17.93	18.02
6	17.96	17.98
平均值	17.99	17.98
标准偏差	0.042	0.047
变异系数	0.23	0.26

2.2 准确度试验结果

为了直接说明分光光度法与 GB/T 22549—2008《饲料级磷酸氢钙》方法(国标法)之间的差别,分别应用这 2 种方法测定 4 个饲料级磷酸氢钙样品磷含量,对每个样品重复测定 6 次。由表 3 可见,每次测定结果与平均值的绝对差值均小于 0.2%。国标法中规定,饲料级磷酸氢钙中磷含量≥16.5%,从表 3 可以看出,分光光度法与国标法的绝对差值为 0.09%~0.16%,均小于国标法中允许的 2 次平行测定结果绝对差值不大于 0.2%,相对误差是 0.53%~0.95%,相对误差小于 1%,说明分光光度法准确、可靠。

表 3 准确度试验结果

样品	磷含量(%)		绝对误差 (百分点)	相对误差 (%)
	分光光度法	国标法		
饲料磷酸氢钙 1 号	16.89	16.73	0.16	0.95
饲料磷酸氢钙 2 号	16.95	16.86	0.09	0.53
饲料磷酸氢钙 3 号	17.00	16.87	0.13	0.77
饲料磷酸氢钙 4 号	17.08	16.94	0.14	0.82

3 结论

用分光光度法测定饲料级磷酸氢钙中的磷含量,简便、准确,与重量法相比大大缩短了时间,所用试剂安全,可在实际工作中推广应用。

参考文献:

[1]毛艳贞,李 诚,刘耀敏.分光光度法测定饲料级磷酸盐中总磷含量[J]. 饲料研究,2012(3):72-74.
[2]郭 萍.快速测定饲料级磷酸氢钙、磷酸二氢钙中钙、总磷含量[J]. 饲料广角,2004(19):32-33.
[3]孔德顺,宋大书,高明琴,等.运用 Excel 工具处理饲料总磷检测中的数据[J]. 畜牧与饲料科学,2010,31(8):22-23.