

氯化铵还原法测定饲料中总铁含量的研究

陈梅斯, 区棋铭

(江门市质量计量监督检测所, 广东 江门 529000)

摘要: 对氯化铵 (NH_4Cl) 还原法测定饲料中总铁含量的方法进行了研究。结果表明, 用原子吸收光谱法测定饲料中的铁含量时, 由于 Fe^{3+} 会生成 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 胶体从而影响方法的准确性, 用 NH_4Cl 将 Fe^{3+} 转化成 Fe^{2+} 将有利于提高方法检测的准确性。

关键词: 原子吸收光谱法; 氯化铵; 铁离子; 还原性

中图分类号: TS207.3; 文献标识码: A; 文章编号: 1673-9078(2008)07-0735-02

Determination of the Total Iron Content in Feed via Ammonium Chloride Mediated Reduction

CHEN Mei-si, OU Qi-ming

(Guangdong Jiangmen Supervision Testing Institute of Quality & Metrology, Jiangmen 529000, China)

Abstract: The methods for total iron content determination in feed were studied in this paper. Results showed that the precision in the total iron content determination by atomic absorption spectrometry was obviously influenced by the forming of iron hydroxide colloid from ferric ions. In order to achieve a high precision of absorbance readings, it was necessary to reduce the ferric ions to ferrous ions with ammonium chloride as reducing agent.

Key words: flame atomic absorption spectrometry; ammonium chloride; ferrous ions; reducibility

铁是饲料中重要的营养补充剂, 但盲目过量摄入会导致中毒, 故对饲料中铁含量的准确测量对于养殖业来说尤为重要。

饲料中的铁元素主要来源于饲料添加剂硫酸亚铁。国家标准采用原子吸收光谱法对饲料中铁含量进行测定^[1], 其首先采用干法灰化样品, 然后用 HCl 溶解灰分使铁以离子的形式溶于溶液中, 最后用原子吸收光谱来测定铁离子含量。由于 Fe^{2+} 在溶液中易被氧化成 Fe^{3+} 并生成氢氧化铁胶体, 这造成溶液混浊不均匀和沉淀析出, 加上原子吸收光谱的进样量很少, 为了避免产生的误差很大, 要准确测定铁含量, 必须多次重复测定, 工作量很大。

NH_4Cl 具有还原性, 加热时 NH_4^+ 能与 Fe^{3+} 反应使其还原成 Fe^{2+} , 阻止 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉淀生成, 其反应式为 $6\text{Fe}^{3+} + 2\text{NH}_4^+ \rightarrow 6\text{Fe}^{2+} + \text{N}_2\uparrow + 8\text{H}^+$ 。而且反应生成的 H^+ 使溶液呈酸性状态, 有效抑制 OH^- 与金属离子反应向生成碱方向推进^[4], 从反应原理知, NH_4Cl 溶液可使铁离子都以游离 Fe^{2+} 形式存在, 并使溶液成为均质体系, 从而减少测定误差。

1 材料和实验

收稿日期: 2008-06-12

1.1 仪器与试剂

ThermoM 系列原子吸收光谱仪, 650751V1.26 工作站。使用压缩空气和乙炔作为燃气。仪器工作条件为分析波长: 248.3 nm, 通带宽度: 0.2 nm, 火焰类型: $\text{Air-C}_2\text{H}_2$, 燃烧器高度: 7.0 mm, 雾化器提升: 4 s, 背景校正: D_2 , 燃器流量: 9 L/min, 灯电流: 8 A, 铁元素空心阴极灯: 四线氙灯。

50% HCl (色谱纯), 0.5 mol/L HCl 溶液 (色谱纯), 1000 mg/L FeCl_2 (分析纯), 200 g/L NH_4Cl (分析纯), 水 (二级实验用水)。

1.2 样品前处理

将预先混合好的饲料, 分别分成四份, 取样粉碎、过 40 目筛, 然后分别采用湿法消解和干法灰化处理。

1.3 湿法消解处理

称取 2~5 g 样品于 250 mL 磨口三角瓶中, 加入 50% HCl 30 mL, 插上回流管回流, 尽量防止酸雾的逸出, 以保持加热过程中反应液的酸度。采取缓慢地升温进行加热, 待液面上的气泡消失后, 加入 20 mL 水和 20 mL 200 g/L NH_4Cl 溶液后, 再在低温下保持沸腾 5 min, 取出, 冷却到室温后用蒸馏水定容于 1000 mL 容量瓶中, 然后准确移取 10.0 mL 溶液至 100 mL 容量瓶中, 用 0.5 mol/L HCl 溶液定容至刻度待测。

1.4 干法灰化处理

称取 2~5 g 试样于 25 mL 坩埚中, 加热炭化至样品呈黑色且不再冒出白烟, 然后移到 550 °C±5 °C 高温电阻炉中灰化约 2 h, 直至样品呈灰白色, 取出冷却后, 用蒸馏水将其内容物洗入 250 mL 三角瓶中, 再用 30 mL 50% HCl 加热溶解坩埚内的残渣并倒入三角瓶中。将三角瓶置于电炉上加热, 待气泡消失后加入 20 mL 200 g/L NH₄Cl 溶液低温保持沸腾 5 min, 取出, 冷却到室温后用水定容于 1000 mL 容量瓶中, 再移取 10.0 mL 溶液至 100 mL 容量瓶中, 用 0.5 mol/L HCl 溶液定容至刻度, 待测。

2 结果与分析

采用经匀质粉碎过的 4 种饲料作为样品, 分别添加 2 种不同价态的铁盐作加标回收试验, 同时采用 4 种不同的样品前处理的方法进行消解。结果见表 1。

从表 1 可知, (1) 不添加 NH₄Cl 进行处理的组别中, 不论是干法处理还是湿法处理, Fe³⁺ 含量高的样品比 Fe²⁺ 含量高的样品其回收率相比较低, 其回收率的大小排序为: 1 号样 (添加 FeSO₄) > 3 号样 (添加 FeSO₄ 和 Fe₂(SO₄)₃) > 2 号样 (Fe₂(SO₄)₃); (2) 不添加 NH₄Cl 进行处理的组别中, 铁成分构成相同的条件下, 干法处理比湿化处理的回收率相比较低, 干法未加 NH₄Cl 处理的回收率在 84.6%~92.8%, 而湿法未加 NH₄Cl 的回收率在 89.6%~98.5% 之间, 其原因是干法灰化会使部分 Fe²⁺ 转化成 Fe³⁺, 而湿法处理可避免 Fe²⁺ 转化成 Fe³⁺; (3) 无论是湿法处理还是干法处理, 添加 NH₄Cl 都有利于提高检测的准确率, 其回收率在 97.6%~98.9% 之间, 回收率高且稳定性好。可见用 NH₄Cl 将 Fe³⁺ 转化成 Fe²⁺ 将有利于提高方法检测的准确性。

3 结论

用原子吸收光谱法测定饲料中的铁含量时, 由于 Fe³⁺ 会在溶液中生成 Fe(OH)₃ 胶体从而影响方法的准确性, 用 NH₄Cl 将 Fe³⁺ 转化成 Fe²⁺ 将有利于提高方法检测的准确性。

表 1 加标试验结果及回收率

Table 1 Results and recoveries of the total iron content determination

处理方法	实验号	铁/(μg/kg)		回收率/%		
		试样加入量	测定值			
湿法	不加 NH ₄ Cl	1	3680	3684	7191	95.3
		2	3102	2800	5616	89.8
		3	3218	3242	6217	92.5
	加 NH ₄ Cl	1	4206	3684	7849	98.9
		2	3505	2800	6252	98.1
		3	3604	3242	6768	97.6
干法处理	不加 NH ₄ Cl	1	2306	3684	5725	92.8
		2	1942	2800	4310	84.6
		3	2124	3242	5013	89.1
	加 NH ₄ Cl	1	4109	3684	7712	97.8
		2	3462	2800	6186	97.3
		3	3560	3242	6695	96.7

注: 1 号样添加 FeSO₄; 2 号样添加 Fe₂(SO₄)₃; 3 号样品添加 FeSO₄ 和 Fe₂(SO₄)₃。

参考文献

- [1] GB/T13885-2003. 动物饲料中钙、铜、铁、镁、锰、钾、钠和锌含量的测定. 原子吸收光谱法[S]

(上接第 637 页)

- [4] 大连轻工业学院、华南理工大学等合编. 食品分析[M]. 北京: 中国轻工业出版社. 1999
- [5] J.H. Edwards and W.F. Shipe. Characterization of plastein reaction products formed by pepsin, α-chymotrypsin, and papain treatment of egg albumin hydrolysates[J]. Journal of Food Science. 1978, 43:1215-1218
- [6] 张红印, 朱加进, 等. 小麦面筋蛋白琥珀酰化改性研究[J]. 中

国农业科学. 2003, 36(3):313-317

- [7] P.K.J.P.D. Wanasundara, F. Shahidi. Functional Properties of Acylated Protein Isolates. J. Agric. Food Chem. 1997, 45: 2431-2441
- [8] 李媛, 刘通讯, 王永江, 等. 低值鱼蛋白得热变性与其酶解特性关系研究[J]. 食品科学, 2005, 26(5):51-53