

# 分光光度法测定预混合饲料中总磷含量优化

陆晓雯 张红

上海食品科技学院

DOI:10.12238/as.v8i3.2805

**[摘要]** 饲料作为动物磷元素的主要来源,总磷含量是一个关键指标。预混合饲料中的总磷含量直接影响了添加比例。为精准测定预混合饲料中总磷含量,在国家标准GB/T 6437-2018《饲料中总磷的测定分光光度法》基础上,新增加干燥过滤步骤,调整粉碎粒度至通过0.074mm(约200目)孔径分析筛、优化磷标准工作液浓度和移取量等条件。优化后线性范围覆盖0~1.1吸光度值、线性相关系数 $R^2 \geq 0.999950$ 、精密度的0.079%~0.58%、回收率95.9~103.1%,各参数均符合要求,为后续饲料配比、配方优化提供有力支撑与切实保障。

**[关键词]** 分光光度法; 饲料; 总磷

**中图分类号:** S963.72 **文献标识码:** A

## Spectrophotometric determination of total phosphorus content in premixed feed was optimized

Xiaowen Lu Hong Zhang

Shanghai Food Science and Technology School

**[Abstract]** As the main phosphorus source for animals, feed total phosphorus content is a critical indicator directly affecting premix supplementation ratios. To accurately determine total phosphorus in premixed feeds, this study optimized the national standard GB/T 6437-2018 spectrophotometric method by introducing a drying-filtration step, adjusting particle size to pass 0.074mm (200-mesh) sieve, and optimizing standard solution concentration/volume. The improved method achieved 0-1.1 absorbance linearity  $R^2 \geq 0.999950$ , with precision 0.079%-0.58% and recovery 95.9-103.1% meeting requirements, providing reliable support for feed formulation optimization.

**[Key words]** spectrophotometry; Fodder; Total phosphorus

### 引言

磷是生命活动不可或缺的基础元素,对牲畜的生长、发育、繁殖发挥着至关重要的作用。一旦磷含量失衡,缺乏可能会导致骨骼发育不良、抑制生长,过多可能会导致存活率降低、环境污染等<sup>[1-2]</sup>,对牲畜的整体品质带来不利影响。饲料作为动物磷元素的主要来源,总磷含量是一个关键指标。预混合饲料简化了饲养流程,提高了养殖效率,作为高浓缩型饲料,其磷含量直接影响添加比例,进而对其他微量成分的含量产生连锁反应<sup>[3]</sup>。快速准确地测定预混合饲料中的总磷含量,对于精准配比、优化饲料配方具有不可估量的价值。

饲料中总磷主要的检测依据为GB/T 6437-2018《饲料中总磷的测定分光光度法》<sup>[4]</sup>(下用国标代指),本试验在国标基础上,改进了样品预处理流程:细化粉碎粒度、增加过滤步骤;优化了磷标准工作液的浓度,标准曲线的线性范围。

### 1 材料与方法

#### 1.1 实验材料

多批次5%产蛋期复合预混料蛋鸡饲料,锦鼎牌,批准文号Q/NJD001-2020。

#### 1.2 试验试剂

盐酸(AR)和硝酸(AR)为上海凌峰化学试剂有限公司试剂、磷酸二氢钾(GR)、偏钒酸铵(AR)和钼酸铵(AR)为上海展云化工有限公司试剂,实验用水为去离子水。

#### 1.3 试剂配制

磷标准储备液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):取105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的磷酸二氢钾,置干燥器中,冷却后准确称取0.4390g,溶解于水,定量移入1000mL容量瓶中,加硝酸3mL,稀释定容摇匀。其余参照国标。

#### 1.4 试验仪器

美谱达M650DS紫外分光光度计、梅特勒-托利多ME-204E型天平,容量瓶、吸量管等一般试验仪器设备,数据处理采用Microsoft Excel。

### 1.5 试验原理

预混合饲料含有微量元素,采用盐酸溶解法进行前处理,试样中总磷经消解,在酸性条件下与钒钼酸铵生成黄色钒钼黄络合物,钒钼黄吸光度值与总磷浓度成正比,在波长400nm下测定试样溶液中钒钼黄吸光度值,与标准系列比较定量。

### 1.6 试样制备与前处理

根据国标抽样缩分制备后,采用固体样品粉碎机细化粉碎粒度,通过0.074mm(约200目)孔径分析筛。称取试样0.3~0.5g,缓慢加入10mL盐酸溶液,充分搅拌,完全转入100mL容量瓶中定容摇匀。用无磷定量滤纸干燥过滤,做平行试验。

### 1.7 磷标准工作液制备

精确移取100μg/mL磷标准贮备液0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00mL于50mL容量瓶中,分别加入钒钼酸铵显色剂10mL,稀释,定容摇匀。显色10min以上。0号瓶为参比,在400nm波长下进行测定,形成标准曲线。

### 1.8 试样测定

移取滤液2.00mL,置于50mL的容量瓶中。加入10mL显色剂,用水稀释,定容摇匀。与磷标准工作液同步显色10min以上。相同条件进行测定,通过吸光度值计算试样总磷含量,做平行试验。

## 2 结果与分析

### 2.1 增加过滤步骤

试样经盐酸(1:1)消解,存在不溶物和杂质颗粒,影响溶液均匀性。因此新增过滤步骤,用无磷定量滤纸在定容后干燥过滤,确保滤液纯净且浓度不变,照国标操作,得到的回收率结果见表1。

表1 过滤步骤回收率试验结果

过滤方式	编号	待测液含磷量 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标后含磷量 (mg/L)	加标回收率 (%)
不过滤, 取上清液 测定	1	0.000	30.00	29.66	98.9
	2	20.32	30.00	35.56	50.8
	3	20.58	30.00	35.10	48.4
定容后过滤	1	0.000	30.00	29.42	98.1
	2	5.544	30.00	34.16	95.4
	3	5.516	30.00	34.38	96.2

由表1可以看出,在相同加标水平下,不过滤,取上清液测定回收率无法达到GB/T 27417-2017《合格评定化学分析方法确认和验证指南》<sup>[5]</sup>规定的“被测组分含量在1~100mg/kg,回收率范围在90~110%”。经过定容后干燥过滤测定回收率的范围在95.4~98.1%,此检测方法能够达到规定的范围。

### 2.2 细化粉碎粒度

饲料含黄白颗粒,国标0.42mm过筛后仍不均且精密度差。经多次粉碎至0.074mm后呈均匀淡黄色粉末,感官均匀性显著提

升。新过筛样品测定精密度在0.10~0.64%,有较明显提升。

### 2.3 改良磷标准工作液的浓度,标准曲线的线性范围

分光光度法依据朗伯比尔定律,吸光度最佳范围为0.2~0.8内<sup>[6]</sup>。按国标操作仅有1个点落在此范围内见表2,同时最大移取量为15.00mL,需使用非常规15mL或重复10mL分度吸量管移取,操作繁琐,可能引入额外误差。本文通过提高磷标准工作液的浓度至100μg/mL,改进后体积范围设定为0.00~6.00mL。其他参考国标,每条标准曲线测定3次,详细数据见表2。

表2 国标法与优化后工作曲线对比

磷工作液浓度 (μg/mL)	工作液体积 (mL)	含磷量 (μg)	编号	吸光度	线性相关系数 R <sup>2</sup>
50	0.00	0.000	1-1	0.000, 0.095, 0.185, 0.4	0.999841
	1.00	50.00		67, 0.901, 1.346	
	2.00	100.0	1-2	0.000, 0.097, 0.175, 0.4	0.999853
	5.00	250.0		32, 0.876, 1.326	
	10.00	500.0	1-3	0.000, 0.091, 0.183, 0.4	0.999907
	15.00	750.0		68, 0.910, 1.366	
100	0.00	0.000	2-1	0.000, 0.176, 0.352, 0.5	0.999996
	1.00	100.0		30, 0.706, 0.881, 1.056	
	2.00	200.0	2-2	0.000, 0.177, 0.358, 0.5	0.999988
	3.00	300.0		35, 0.714, 0.890, 1.072	
	4.00	400.0	2-3	0.000, 0.179, 0.363, 0.5	0.999972
	5.00	500.0		39, 0.717, 0.897, 1.075	
6.00	600.0				

回归分析的结果表明,所选定的目标浓度100μg/mL,具有良好的线性,相关系数R<sup>2</sup>为0.999972~0.999996,同时有3个点落在0.2~0.8的最佳范围内。

### 2.4 精密度试验结果

表3 优化后精密度试验结果

编号	线性相关系数 R <sup>2</sup>	测定值 (g/kg)	平均值 (g/kg)	精密度 (%)
1	0.999978	29.110, 28.943	29.03	0.58
2	0.999972	29.102, 29.053	29.08	0.17
3	0.999951	27.834, 27.812	27.82	0.079
4	0.999972	29.101, 28.999	29.05	0.35
5	0.999994	29.331, 29.458	29.39	0.43
6	0.999995	27.708, 27.597	27.65	0.40

选取X份独立试样,增加过滤步骤,粉碎粒度改为0.074mm孔径过筛、磷标准工作液浓度改为100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,移取量为0.00~6.00 mL,平行2次,得到的平均值和精密度结果见表3。

由表3可以看出,优化方案后,精密密度为0.079~0.58%,比国标“总磷含量 $>5\text{g}/\text{kg}$ ,精密密度 $\leq 3\%$ ”有较明显提升,测定结果更加可靠。

#### 2.5回收率试验结果

制备样品,进行加标回收实验,考察经上述调整后方法的可靠性。得到的回收率结果见表4。

表4 优化后回收率试验结果

编号	试样质量 (g)	试样测定值 (g/kg)	加标量 (mg)	加标后测定 值(g/kg)	加标回收率 (%)
1	0.4174	29.90	1.000	32.37	103.1
2	0.4204	29.90	1.000	32.18	95.9
3	0.4685	29.43	1.000	31.53	98.4
4	0.4560	29.43	1.000	31.68	102.6

由表4可得,优化后回收率为95.9~103.1%,符合回收率要求。

### 3 结论

经上述试验结果表明,通过增加干燥过滤步骤,试样粉碎粒度改为0.074mm孔径分析筛过筛、磷标准工作液浓度改为

100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,移取量为0.00~6.00mL等条件优化后分光光度法测定预混合饲料中总磷含量方案的线性范围(含磷量0~600 $\mu\text{g}$ ,吸光度 $A_0\sim 1.1$ )、线性相关系数 $R^2\geq 0.999950$ 、精密密度0.079%~0.58%、回收率95.9%~103.1%,各参数均符合要求,表明优化后方案的可行性,进一步提高了测定的准确性和可靠性,为后续精准配比、优化饲料配方提供有力支撑。

#### [参考文献]

[1]唐思宇,张丽萍,王久荣.钒钼黄-连续流动分析仪法测定饲料中总磷含量[J].饲料工业,2022,43(24):58-64.

[2]张晓.不同养殖密度及饲料蛋白质、磷含量对红鳍东方鲀幼鱼营养代谢的影响[D].上海海洋大学,2020.

[3]贾涛.浅析预混合饲料生产与质量管理[J].饲料广角,2012(14):24-26+42.

[4]GB/T 6437-2018,饲料中总磷的测定分光光度法[S].

[5]全国认证认可标准化技术委员会实验室认可分技术委员会(SAC/TC261/SC1).合格评定化学分析方法确认和验证指南:GB/T27417-2017[S].中国标准出版社,2017.

[6]GB/T 9721-2006,化学试剂分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)[S].

#### 作者简介:

陆晓雯(1998--),女,汉族,上海人,本科,上海食品科技学校,助理讲师,研究方向:农产品食品检验。