



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13883—2008  
代替 GB/T 13883—1992

GB/T 13883—2008

GB/T 13883—2008

## 4.5.1.2 预混合饲料

对于预混料样品,称取 1.0 g 样品(准确到 0.000 1 g),置入 100 mL 高型烧杯中,加入 10 mL 水和 15 mL 硝酸(4.2.2),盖上表面皿,放在电热板上低温煮沸 30 min,取下冷却,用水移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,量取部分上清液( $Se \leq 0.4 \mu g$ )于 100 mL 高型烧杯中,加入 5 mL 高氯酸(4.2.1),以下按 4.5.1.1 加高氯酸后的分析步骤进行。

## 4.5.2 标准曲线的制备

分别准确量取 0.00,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00 mL 硒标准工作液(4.2.9),于 50 mL 具塞比色管中,加入 2 滴甲酚红指示剂(4.2.10),以下按 4.5.1.1“用氨水溶液(4.2.3)中和”后的分析步骤进行。

## 4.5.3 试样的测定

将待测溶液(4.5.1.1)上层的环己烷溶液吸入 1 cm 石英杯中,用荧光光度计在激发波长为 376 nm、发射波长为 520 nm 处分别测定其荧光强度,同时进行标准曲线的测定,绘制标准曲线。从标准曲线上查得溶液中含硒量,试样中硒的测定结果按 4.6.1 计算。

## 4.6 分析结果的计算和表示

### 4.6.1 结果计算

试样中硒含量  $X$ ,以质量分数计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(2)计算。

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_0 \times 1\,000}{m_0 \times V_1 \times 1\,000} = \frac{(m_1 - m_2) \times V_0}{m_0 \times V_1} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$m_1$ ——自标准曲线上查得样品的硒质量分数,单位为微克( $\mu g$ );

$m_2$ ——自标准曲线上查得空白的硒质量分数,单位为微克( $\mu g$ );

$V_0$ ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试样的质量,单位为克(g);

$V_1$ ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

测定结果用平行测定后的算术平均值表示,计算结果表示到 0.01 mg/kg。

### 4.6.2 重复性

在同一实验室,同一分析者对两次平行测定的结果,应符合以下相对偏差的要求:

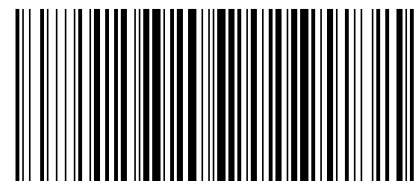
当硒的质量分数小于或等于 0.10 mg/kg 时,相对偏差 $\leq 40\%$ ;

当硒的质量分数大于 0.10 mg/kg 而小于 0.40 mg/kg 时,相对偏差 $\leq 20\%$ ;

当硒的质量分数大于 0.40 mg/kg 时,相对偏差 $\leq 15\%$ 。

## 饲料中硒的测定

Determination of selenium in feeds



GB/T 13883—2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-33923

定价: 10.00 元

2008-08-01 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

当硒的质量分数大于 0.40 mg/kg 时,相对偏差 $\leq$ 12%。

#### 4 第二法 2,3-二氨基萘荧光法

##### 4.1 原理

试样经混合酸消化,使硒游离出来,在微酸性溶液中硒( $\text{Se}^{4+}$ )和 2,3-二氨基萘(DAN)生成 4,5-苯基苯并硒二唑,用环己烷直接在生成络合物的同一酸度溶液中萃取。用荧光光度计在激发波长为 376 nm、发射波长为 520 nm 条件下测定荧光强度,从而计算出试样中硒的含量。

##### 4.2 试剂

以下试剂除特别注明外,均为分析纯,水应符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

4.2.1 高氯酸:优级纯。

4.2.2 硝酸:优级纯。

4.2.3 氨水溶液:1+1。

4.2.4 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=3 \text{ mol/L}$ 。

4.2.5 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.2.6 环己烷:若有荧光杂质,需重新蒸后使用。

4.2.7 盐酸羟胺-乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液:称取 10 g EDTA 溶于 500 mL 水中,加入 25 g 盐酸羟胺使其溶解,用水稀释至 1 L。

4.2.8 2,3-二氨基萘(DAN)溶液:称取 0.1 g DAN 于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 盐酸溶液(4.2.5)使其溶解,移入 250 mL 分液漏斗,加入 20 mL 环己烷(4.2.6)振荡 1 min,待分层后弃去环己烷,水相重复用环己烷处理 2 次~3 次。水相放入棕色瓶中上面加盖 1 cm 厚的环己烷,在暗处保存,此溶液可使用数周。

4.2.9 硒标准工作液:准确量取 10.0 mL 硒标准工作液(3.2.10)于 50 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。此标准工作液为每毫升含 0.2  $\mu\text{g}$  硒。现用现配。

4.2.10 甲酚红指示剂(0.4 g/L):称取 0.04 g 甲酚红于 150 mL 烧杯中,加少许氨水溶液(4.2.3)使其溶解后用水稀释至 100 mL,摇匀。

##### 4.3 仪器

荧光光度计。

##### 4.4 试样的制备

同 3.4。

##### 4.5 测定步骤

###### 4.5.1 试样的处理

###### 4.5.1.1 配合饲料、浓缩饲料

称取试样 1.0 g,准确至 0.000 1 g( $\text{Se}\leq 0.4 \mu\text{g}$ ),置入 100 mL 高型烧杯中,用水润湿试样加 10 mL 硝酸(4.2.2),加盖表面皿,放在电热板上低温加热,煮沸至硝酸体积减少到 5 mL 时,取下稍冷加入 5 mL 高氯酸(4.2.1)继续加热至高氯酸冒烟,取下稍冷,用水吹洗表面皿和杯壁,放在电热板上由低温升温至高氯酸冒烟并保持 5 min~10 min,取下冷却,加入 1 mL 水和 1 mL 盐酸溶液(4.2.4)煮沸,摇匀,放置 10 min,用水移入 50 mL 具塞比色管中[对于高含量硒样品,将消化液稀释至 100 mL 容量瓶,量取部分溶液( $\text{Se}\leq 0.4 \mu\text{g}$ )于 50 mL 具塞比色管中],稀释至 30 mL,加二滴甲酚红指示剂(4.2.10),用氨水溶液(4.2.3)中和至黄色,用盐酸溶液(4.2.4)中和至橙色(pH1.5~2),加入 3 mL 盐酸羟胺溶液(4.2.7)摇匀,加入 2 mL DAN 溶液(4.2.8),盖好塞子,摇匀,打开塞子,置于 100  $^{\circ}\text{C}$  沸水中保持 5 min。取出冷却至室温,用盐酸溶液(4.2.5)稀释至刻度,加 5 mL 环己烷(4.2.6)振荡 1 min,静置分层后,用作待测溶液。

同时在相同条件下,做试剂空白试验。

中华人民共和国  
国家标准  
饲料中硒的测定  
GB/T 13883—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880 $\times$ 1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字  
2008 年 9 月第一版 2008 年 9 月第一次印刷

\*

书号:155066·1-33923 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533

- 3.3.3 电热板。  
3.3.4 实验室用样品粉碎机。  
3.3.5 载气:氩气或氮气。

#### 3.4 试样的制备

按 GB/T 14699.1 采样,按 GB/T 20195 制备试样,试样磨碎,通过 0.45 mm 孔筛,混匀,装入密闭容器中,避光低温保存备用。

#### 3.5 测定步骤

##### 3.5.1 试样的处理

称取试样 2.0 g,准确到 0.000 1 g,置于 100 mL 高型烧杯内,加 15.0 mL 混合酸溶液(3.2.4)及几粒玻璃珠,盖上表面皿冷消化过夜。次日于电热板上加热,当溶液高氯酸冒烟时,再继续加热至剩余体积 2 mL 左右,切不可蒸干。冷却,再加 2.5 mL 盐酸(3.2.3),用水吹洗表面皿和杯壁,继续加热至高氯酸冒烟时,冷却,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为试样消化液。量取 20 mL 试样消化液于 50 mL 容量瓶中,加 8 mL 盐酸(3.2.3),加 2 mL 铁氰化钾溶液(3.2.8),用水稀释至刻度,摇匀,待测。

同时在相同条件下,做试剂空白试验。

##### 3.5.2 标准曲线的制备

分别准确量取 0.0,0.25,0.50,1.00,2.00,3.00 mL 硒标准工作液(3.2.10)于 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 水,加入 8 mL 盐酸(3.2.3),加 2 mL 铁氰化钾溶液(3.2.8),用水稀释至刻度,摇匀。

##### 3.5.3 仪器参考条件

光电倍增管负高压:340 V;硒空心阴极灯电流:60 mA;原子化温度:800 °C;炉高:8 mm;载气流速:500 mL/min;屏蔽气流速:1 000 mL/min;测量方式:标准曲线法;读数方式:峰面积;延迟时间:1 s;读数时间:15 s;加液时间:8 s;进样体积:2 mL。

##### 3.5.4 测量

设定好仪器最佳条件,待炉温升至设定温度后,稳定 15 min~20 min 开始测量。连续用标准系列的零瓶进样,待读数稳定之后,首先进行标准系列测量,绘制标准曲线。再转入试样测量,分别测量试剂空白和试样,在测量不同的试样前进样器应清洗。测其荧光强度,求出回归方程各参数或绘制出标准曲线。从标准曲线上查得溶液中含硒量,试样中硒的测定结果按 3.6.1 计算。

#### 3.6 分析结果的计算和表示

##### 3.6.1 结果计算

试样中硒含量  $X$ ,以质量分数计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算。

$$X = \frac{(c - c_0) \times V_0 \times 1\,000}{m \times V_1 \times 1\,000 \times 1\,000} = \frac{(c - c_0) \times V_0}{m \times V_1 \times 1\,000} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$c$ ——试样消化液中硒的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

$c_0$ ——试剂空白液中硒的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

$V_0$ ——试样消化液总体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试样质量,单位为克(g);

$V_1$ ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

测定结果用平行测定后的算术平均值表示,计算结果表示到 0.01 mg/kg。

##### 3.6.2 重复性

在同一实验室,同一分析者对两次平行测定的结果,应符合以下相对偏差的要求:

当硒的质量分数小于或等于 0.20 mg/kg 时,相对偏差 $\leq 25\%$ ;

当硒的质量分数大于 0.20 mg/kg 而小于 0.40 mg/kg 时,相对偏差 $\leq 20\%$ ;

## 前 言

本标准代替 GB/T 13883—1992《饲料中硒的测定》。

本标准与 GB/T 13883—1992 相比主要变化如下:

——引入氢化物原子荧光光谱法并作为仲裁法;

——规定 2,3-二氨基萘荧光法的激发波长为 376 nm,发射波长为 520 nm。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:中国饲料工业协会、国家饲料质量监督检验中心(武汉)。

本标准主要起草人:何一帆、辛盛鹏、粟胜兰、徐锦萍、邹大琼、刘小敏、高丽红。

本标准于 1991 年首次发布为国家标准 GB 13883—1992。1997 年调整为非强制性标准,编号改为 GB/T 13883—1992。本次修订是该标准的第一次修订。