

GB / T 13883—92

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用2, 3-二氨基萘 (DAN) 荧光法测定饲料中硒的方法。

本标准适用于配合饲料、预混合料、浓缩饲料和单一饲料中硒的测定。在萃取液中检测范围为0.001~0.1 μg / mL (以Se计)。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 6682 实验室用水规格

3 方法原理

先将试样中有机物破坏, 使硒游离出来, 在微酸性溶液中硒 (IV) 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, 用荧光光度计测定其荧光强度。

4 试剂

实验室用水应符合GB 6682中二级用水的规格, 使用试剂除特殊规定外, 应为分析纯。

4.1 高氯酸 优级纯 (ρ 1.67g / mL)。

4.2 硝酸 优级纯 (ρ 1.42g / mL)。

4.3 环己烷 ρ 0.778~0.80g / mL。

4.4 盐酸 优级纯 (1+3)。

4.5 盐酸 $C_{(\text{HCl})} = 0.1\text{mol} / \text{L}$ 。

4.6 氨水 ρ 0.90g / mL。

4.7 盐酸羟胺-乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 溶液

称取10gEDTA溶于500mL水中, 加入25g盐酸羟胺使其溶解, 用水稀至1000mL。

4.8 2, 3-二氨基萘 (DAN) 溶液

称取DAN0.1g于150mL烧杯中, 加入100mL0.1mol / L盐酸使其溶解, 转移到250mL分液漏斗, 加入20mL环己烷 (4.3) 振荡1min, 待分层后弃去环己烷, 水相重复用环己烷处理2~3次。水相放入棕色瓶中上面加盖3mm厚的环己烷, 于暗处保存, 此液可使用数周。

4.9 硒标准贮备溶液

称取硒粉 (纯度99%以上) 25mg (精确至0.01mg), 入100mL烧杯中, 加入10mL硝酸加热溶解, 冷至室温, 用水转移至1000mL容量瓶中并稀至刻度, 摇匀, 此液 1mL含25.00 μg 的硒。

4.10 硒标准工作溶液

吸取(4.9)溶液1.00mL、入50mL高型烧杯中按分析步骤消化至高氯酸冒烟 5min, 取下稍冷, 加1mL水和1mL盐酸(4.4)摇匀, 放置10min用盐酸(4.5)转移至250mL容量瓶中并稀至刻度摇匀, 此液1.00mL含硒0.1 μ g。

4.11 甲酚红

0.4g/L水溶液, 称取0.1g甲酚红入400mL烧杯中, 加少许水加氨水(4.6)使其溶解用水稀至250mL, 摇匀。

5 仪器、设备

5.1 荧光光度计

激发波长365~385nm, 荧光发射波长520~525nm, 1cm石英比色杯。

5.2 实验室用样品粉碎机

标准分析筛孔径(0.42、0.25mm)。

5.3 分析天平分度值0.0001g。

5.4 可调温电炉(600W)或电热板(3000W)。

5.5 高型烧杯50mL和相应大小的表面皿。

5.6 具塞比色管50mL。

5.7 刻度吸量管2mL、10mL。

6 试样的制备

取已粉碎至0.42mm的试样40~50g入250mL烧杯中加水至能搅动的糊状, 在搅拌器上搅10~15min, 倒在小搪瓷盘中铺平, 放入烘箱70℃烘干, 粉碎机上磨至0.25mm, 混匀装入密封容器中备用, 防止试样成分变化。

7 分析步骤

7.1 试样测定(配合饲料、浓缩料、单一饲料)

称取已制备好的试样约1g, 精确至0.0001g ($\leq 0.4\mu\text{gSe}$), 放入50mL高型烧杯中, 用少量水润湿试样加硝酸(4.2)10mL, 轻摇烧杯使试样散开, 加盖表面皿放到电热板(5.4)上低温加热见反应开始(泡沫开始上冒), 切断电源或取下待剧烈反应缓解(气泡不上涌)后再放到电热板上煮沸至硝酸体积减少到5mL左右, 取下稍冷加入5mL高氯酸(4.1)继续加热至剧烈小气泡冒完, 高氯酸冒烟; 取下稍冷, 用水吹洗表面皿和杯壁, 去掉表面皿, 将烧杯置电热板上先低温蒸发水分, 再升温至高氯酸冒烟并保持5~10min, 取下稍冷, 加入1mL水和1mL盐酸(4.4), 摇匀, 放置10min, 水稀至30mL左右, 加二滴甲酚红(4.11), 用氨水(4.6)中和至黄色, 再用盐酸(4.4)中和至橙色(pH1.5~2), 加入3mL盐酸羟胺溶液(4.7)摇匀, 用盐酸(4.5)转移到50mL比色管中(5.6), 加2mLDAN溶液(4.8), 盖好塞子, 摇匀, 松动塞子, 置于100℃水中保持5min。取出放入冷水中迅速冷却至室温, 用盐酸(4.5)稀至50mL, 加5mL环己烷(4.3)振荡1min, 静置分层后, 用吸管小心吸取上部环己烷