

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0515—1995

上海市技术监督研究所	
登记号	QT966258

出口硫磺中硒的测定 荧光法

Sulfur for export use—Determination
of selenium content—Fluorimetric method

1995-12-15 发布

1996-05-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

出口硫磺中硒的测定
荧光法

SN/T 0515—1995

Sulfur for export use—Determination
of selenium content—Fluorimetric method

1 适用范围

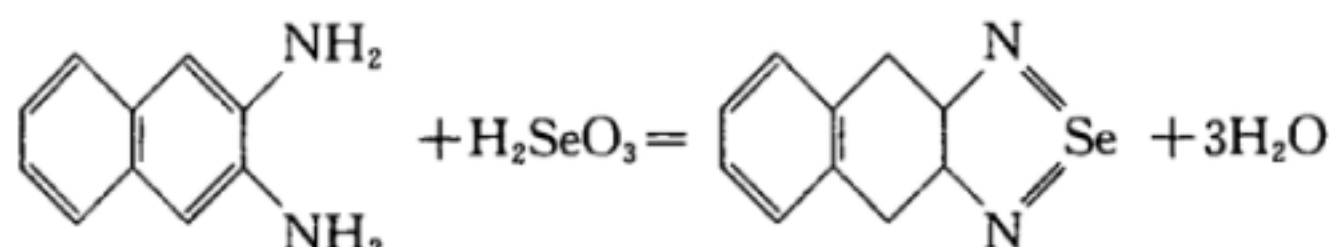
本标准规定了出口硫磺中用荧光法测定硒的含量。

本标准适用于出口硫磺中硒的测定。硒量范围:0.01~150 μg/g。

2 方法提要

试样经发烟硝酸分解,硒被氧化为四价和六价,以盐酸还原其中六价硒为四价。

在弱还原的酸性条件下,四价硒与2,3-二氨基萘(DAN)反应生成发荧光的络合物4,5-苯并苯硒脑。



用环己烷萃取,在荧光分光光度计上测定荧光强度。

用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)消除金属离子干扰。

3 试剂和溶液

分析操作用分析纯试剂和二次蒸馏水或同等纯度水。

- 3.1 发烟硝酸(ρ1.54)。
- 3.2 硝酸(ρ1.42)。
- 3.3 高氯酸(ρ1.6)。
- 3.4 盐酸(ρ1.19)。
- 3.5 氨水(ρ0.9)。
- 3.6 环己烷(ρ0.778)。
- 3.7 乙醇(ρ0.8)。
- 3.8 硒(光谱纯)。
- 3.9 盐酸,1 mol/L 溶液。
- 3.10 盐酸,0.1 mol/L 溶液。
- 3.11 乙二胺四乙酸二钠(EDTA),0.2 mol/L 溶液。
- 3.12 盐酸羟胺,25 g/L 溶液。
- 3.13 2,3-二氨基萘(DAN),1 g/L 溶液。

称取 0.100 g 2,3-二氨基萘(DAN),置于 100 mL 烧杯中,加入 100 mL 盐酸(3.10),在 50℃ 水浴上

加温溶解,冷却后转入 150 mL 分液漏斗中,以环己烷(3.6)萃取数次,每次加 10 mL 振摇 1 min,静置分层后弃去有机相,直至环己烷层无色为止。处理好的 2,3-二氨基萘溶液储于棕色带磨塞的玻璃瓶中,加环己烷覆盖表面,放入冰箱中保存。

3.14 硒标准溶液

3.14.1 称取 0.100 0 g 硒(3.8),精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 烧杯中,加 5 mL 硝酸(3.2),在水浴上微热使完全溶解,并蒸发至近干。冷却后移入 1 000 mL 容量瓶用水稀释至刻度,摇匀。此溶液每毫升含硒 100 μg 。

3.14.2 吸取 10.0 mL 硒标准溶液(3.14.1),于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液每毫升含硒 2 μg 。

3.14.3 吸取 5.0 mL 硒标准溶液(3.14.2),于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液每毫升含硒 0.05 μg 。

3.15 甲酚红指示剂,2 g/L 乙醇(1+1)溶液。

4 仪器

4.1 荧光分光光度计。

4.2 电动离心机。

5 试样

样品过 80 目筛并以四分法混合缩分后取出试样。

6 分析步骤

6.1 试样分解

称取硫磺试样 0.25 g,精确至 0.000 1 g,置于盖有表皿的 25 mL 高型烧杯中,滴加 5 mL 发烟硝酸(3.1)溶解,在水浴上蒸发至无色,冷却,以细水流冲洗表皿和杯壁(当含硒量大于 1.2 $\mu\text{g/g}$ 试样的溶液,以水稀释,定容后吸取含硒量小于 0.3 μg 分液),加 1 mL 高氯酸(3.3),搅匀,在电炉上低温加热,直至冒白烟 5 min,冷却,沿杯周壁滴加 1 mL 盐酸(3.4),搅匀,盖上表皿置于沸水浴中保持 30 min,冷却,以细水流冲洗表皿和杯壁。

6.2 测定

于上述试样分解完全的烧杯中,加入 0.2 mL EDTA 溶液(3.11),2.5 mL 盐酸羟胺溶液(3.12),加 1 滴甲酚红指示剂(3.15),以氨水(3.5)和盐酸溶液(3.9、3.10)调节至橙色(pH1.5~2),以水稀释至 10 mL,加入 3 mL DAN 溶液(3.13),搅匀,置于沸水浴中保持 7 min,冷却后转入已预先置 5.0 mL 环己烷(3.6)的 25 mL 纳氏比色管中,加盖后振摇 5 min,静置分层后吸取环己烷层于 10 mL 离心管中,在 2 000~4 000 r/min 离心 5 min 使溶液透明后,转入 1 cm 石英皿在荧光分光光度计上测定荧光强度。激发光波长 380 nm,发射荧光波长 520 nm。同时进行空白试验。

在工作曲线上查出对应的硒量(μg)。

6.3 工作曲线的绘制

分别吸取 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00 mL 硒标准溶液(3.14.3),置于 25 mL 高型烧杯中,加 2 mL 发烟硝酸(3.1)。以下操作与试样步骤相同。

以荧光强度值(减掉零浓度溶液的荧光强度值)为纵坐标,对应的硒量(μg)为横坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算和表示

硒含量以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按下式计算:

$$\text{Se 含量}(\mu\text{g/g}) = f \frac{m_1 - m_2}{m_0}$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查得试液中硒含量， μg ；
 m_2 ——从工作曲线上查得试剂空白中硒含量， μg ；
 m_0 ——试样量， g ；
 f ——含硒量大于 $1.2 \mu\text{g/g}$ 试样的溶液定容体积为吸取分液体积的倍数，若无此操作步骤， $f=1$ 。

8 精密度

精密度以 $\mu\text{g/g}$ 表示。

水平范围	重复性 r	再现性 R
0.01~150	$r=0.001\ 562+0.057\ 39m$	$\log R=-1.001+0.809\ 8\log m$

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。
 本标准由中华人民共和国湖北进出口商品检验局起草。
 本标准主要起草人张国平、何文利。



SN/T0515-1995

中国标准出版社出版 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

1996年5月第一版 1996年5月第一次印刷 书号:155066·2-10614