

Takarmánypremixek anorganikus szeléntartalmának spektrofotometriás meghatározása

SARUDI IMRE – CSAPÓ JÁNOSNÉ

Kaposvári Mezőgazdasági Főiskola

Érkezett: 1985. augusztus 15.

A szelén élettani szerepét korábban csupán a toxicitásában látták, ma már azonban bizonyított tény, hogy kis mennyiségben nélkülözhetetlen az állati szervezet számára (1–6). Szelénhiányos talajokon termesztett növényekkel etetett állatoknál gyakran tapasztalhatók különböző megbetegedések (pl. hepatózis és izomdisztrófia bárányok, borjak, sertések és csikók esetében; egyes állatfajoknál gyenge növekedés és a tömeggyarapodás visszaesése, stb.), ezért a takarmányok szelénrel való kiegészítése sokszor nagyon indokolt. A premixek szeléntartalmának meghatározásánál a bemért anyag elroncsolása helyett elegendő, ha csupán híg sósavval való kioldást alkalmazunk, mivel az egyébként is kis mennyiségben jelenlevő, biológiai eredetű komponensek (pl. gabonamagvak) szeléntartalma általában elhanyagolható a nátrium-szelenitként beadagolt szelén mennyiségéhez képest.

Az oldat szeléntartalmát 2,3-diamino-naftalin alkalmazásával spektrofotometriásan határozzuk meg. Az általunk ajánlott két módszerváltozat újszerűsége az, hogy a szelenit és a jelenlevő zavaró ionok (Fe^{2+} , Cu^{2+} stb.) elválasztását cinkhexaciano-ferrát (II) kollektor csapadék (Carrez-féle „derítés”), ill. ioncserélő oszloptechnika (H^{+} -formára hozott, erős kationcserélő műgyanta) segítségével eszközöljük. – A csapadékos módszer alkalmazhatósága szempontjából kedvező, hogy a Zn^{2+} -ionok egyáltalán nem zavarják a szelénmeghatározást. Ha ezt a tisztítási eljárást választjuk, ügyelnünk kell azonban arra, hogy a főlegesen alkalmazott cinksó még a hexaciano-ferrát(II)-ionokat tartalmazó vegyületet megelőzően adagoljuk be az oldatba, mert ellenkező esetben a szelenit-ionok redukálódhatnak, és elemi szelén válik ki az oldatból. –

Mindkét munkamenet során a zavaró fémionokat távolítjuk el az oldatból; ellentétben az általában használatos eljárásokkal, amelyeknél megfelelő kémiai reakció lefolytatása után a szelént vonják ki a többi alkotórész mellől desztillációs (7,8) vagy extrakciós (9,10) művelettel, vagy pedig oly módon, hogy a szelenit-ionokat redukálják, majd a kivált elemi szelént elkülönítik, és ásványi savban feloldják (11). Az általunk javasolt módszerek jellegzetessége még, hogy magiszórozó szerek (NaF, EDTA, stb.) alkalmazására nincs szükség.

Javasolt módszerek

Felhasznált anyagok

- 5 M HCl-oldat
- Carrez I. oldat: 30 g $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ 200 cm³ vízben
- Carrez II. oldat: 60 g $\text{ZnSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ 200 cm³ vízben
- 5 M NaOH-oldat
- DAN oldat: 0,1 g 2,3-diamino-naftalint 100 cm³ 0,1 mólos HCl-oldatban feloldunk, majd 2-szer 10 cm³ ciklohexán alkalmazásával extrakciós tisztítást végzünk. (A reagens a vizes fázisban marad.) Az oldatot 36 órán túl nem célszerű eltartani.
- ciklohexán
- kationcserélő műgyantaoszlop
töltet: Varion KS (NIKE);
magasság: 120 mm; átmérő: 18 mm;

H⁺-formára hozatal: 100 cm³ 2 mólos HCl-oldatot 5–6 cm³/perc sebességgel átbocsátunk az oszlopon, majd kb. 100 cm³ vízzel átmosást végzünk.

- Standard törzsoldat: 1 dm³ vizes oldat 2,190 g Na₂SeO₃-et tartalmaz. Az oldat szeléntartalma 1000 µg/cm³.
- Standard oldatok: 0,10–0,25–0,50–0,75–1,00 µg/cm³ szelént tartalmazó vizes oldatok.

Az alkalmazott vegyszereknek analitikai tisztaságúknak kell lenniük.

Műszerek

- RADELKIS OP/11 pH-mérő
- BECKMAN UV 5260 spektrofotométer (10 mm széles kvarcküvetéttel)

Munkamenetek

- A) 100 cm³-es Stohmann-lombikba analitikai pontossággal bemérünk 2 g vizsgálandó anyagot, majd hozzáadunk 10 cm³ 5 mólos HCl-oldatot és mintegy 50 cm³ forró vizet. A meghatározandó szelénvegyület feloldódását célszerű ekkor rázással is elősegíteni. Az oldás kezdetétől számított 40 perc letelte után 7 cm³ Carrez II., majd 5 cm³ Carrez I. oldatot juttatunk be a lombikba. – A kálium hexaciano-ferrát(II) beadagolását igen lassan, cseppenként eszközöljük, miközben a lombik körkörös mozgásával keverést végzünk. Gyakorlatilag így teljesen kiküszöböljük annak lehetőségét, hogy az említett redukáló tulajdonságú anyag lokálisan feleslegbe kerüljön. – A kollektor csapadék előállítását követően a lombikot vízzel a jelig feltöltjük, majd kb. 20 perc múlva közepes pórusméretű redős szűrőpapírt alkalmazva szűrést végzünk. 25 cm³ szüredéket 100 cm³-es főzőpohárba bemérünk, a pH-ját műszeres ellenőrzés mellett az 5 mólos NaOH-oldattal 1,7–2,2 határok közé beállítjuk, és hozzáadunk 5 cm³ DAN oldatot. Sötét helyen való 2 órás állás után a kialakult komplexet 2-szer 10 cm³ ciklohexánnal történő kirázással szerves fázisba vesszük, majd ennek fényelnyelését 380 nm hullámhosszon mérjük. A hitelesítő görbe felvételénél a már ismertetett standard oldatokból mérünk be 25–25 cm³-t 100 cm³-es főzőpoharakba, és a továbbiakban az előbb leírtak szerint járunk el.
- B) 100 cm³-es Stohmann-lombikba bemérünk 2 g vizsgálandó anyagot, és végrehajtjuk az A)-nál leírt kioldási műveletet. (A Carrez-féle reagenseket azonban ez esetben nem alkalmazzuk.) Ezután 25 cm³ aliquotek részét 2–3 cm³/perc sebességgel átengedünk az ioncserélő oszlopon úgy, hogy a lecsapódó folyadék 200 cm³-es főzőpohárba gyűljön össze. Az oszlop kimosását 80–100 cm³ vízzel végezzük. Ezt követően kerül sor az A)-nál leírt pH-beállításra, majd a szelénkomplex előállítására. Az utóbbinál – a nagyobb oldattérfogat miatt – háromszor annyi DAN oldatot használunk, mint az A) munkamenet esetében, azaz 15 cm³-t. A továbbiakban pontosan az A)-nál leírtak szerint járunk el.

Kísérleti eredmények és következtetések

Az előzőekben ismertetett módszerek megbízhatóságának ellenőrzése céljából magunk állítottunk elő egy olyan premixet, amelynek alkotórészei között viszonylag nagy mennyiségben szerepeltek azok az anyagok, amelyek a szelénmeghatározást zavarhatják. Az összeállított keverék különböző részleteihez különböző mennyiségű nátrium-szelenitet adtunk, majd 7–7 párhuzamos meghatározás alapján megállapítottuk a reprodukálhatóságot és a pontosságot. A keverék összetételét az 1., a kísérleti eredményeket pedig a 2. táblázat tartalmazza. Az utóbbiban összefoglalt adatok alapján megállapítható, hogy mindkét módszerrel kapott eredmé-

Kísérleti premixkészítmény

Nátrium	(NaCl formában)	51,1 g/kg
Kalcium	(CaHPO ₄ ·2H ₂ O és CaCO ₃ formában)	185,0 g/kg
Magnézium	(MgSO ₄ ·7H ₂ O formában)	5,0 g/kg
Foszfor	(CaHPO ₄ ·2H ₂ O formában)	76,0 g/kg
Vas	(FeSO ₄ ·7H ₂ O formában)	980 mg/kg
Mangán	(MnSO ₄ ·7H ₂ O formában)	680 mg/kg
Réz	(CuSO ₄ ·5H ₂ O formában)	198 mg/kg
Cink	(ZnSO ₄ ·7H ₂ O formában)	1640 mg/kg
Kobalt	(CoSO ₄ ·7H ₂ O formában)	152 mg/kg
Jód	(KI formában)	20 mg/kg
EMQ	antioxidáns	5 g/kg
Kukoricaliszt		158 g/kg
Szelén	(Na ₂ SeO ₃ formában)	változó

2. táblázat

Szelénmeghatározási eredmények

Bemért Se mg/kg	Meghatározott Se a bemért mennyiségre vonatkoztatva %		Variációs koefficiens %	
	A/módszer	B/módszer	A/módszer	B/módszer
5,4	103,7	98,3	7,01	7,15
10,5	97,3	104,4	6,09	6,25
16,6	102,2	102,2	5,26	4,60
21,8	97,4	97,8	6,27	4,62
25,9	98,9	102,3	5,33	4,78
33,0	97,1	99,4	4,55	5,07

A párhuzamos vizsgálatok száma minden esetben 7 volt.

nyek megbízhatósága megfelel a követelményeknek. Megállapítható továbbá, hogy a szóban forgó módszerek mind a pontosság, mind a reprodukálhatóság szempontjából gyakorlatilag egyenértékűek. (Ez utóbbiakat egyébként t-, ill. F-próbával is ellenőriztük.)

Végezetül megjegyezzük, hogy a közölt meghatározások érzékenysége lényegesen megnövelhető, ha a spektrofotometriás mérés technika helyett fluoreszcencia-mérést alkalmazunk, erre azonban premixek esetében általában nincs szükség.

- (1) *Shamberger, R. J.*: Biochemistry of Selenium. Plenum Press New York—London, (1983).
- (2) *Kubota, J., Allaway, W. H., Carter, D. T.*: J. Agric. Food Chem, 15, 448 (1967).
- (3) *Andrews, E. D., Hartley, W. J., Grant, A. B.*: NZ. Vet. J. 16, 3 (1968).
- (4) *Stadtman, T. C.*: Science 183, 915 (1974).
- (5) *Lannek, N., Lindberg, P.*: Adv. Vet. Sci. Comp. Med. 19, 127 (1976).
- (6) *Karsai, F.*: Állatorvosi körélettan. Mezőgazdasági Könyvkiadó Budapest, 1982.
- (7) *Fogg, D. N., Wilkinson, N. T.*: Analyst 81, 525 (1956).
- (8) *Handley, R., Johnson, C. M.*: Analyst. Chem. 31, 2105 (1959).
- (9) *Jordanov, N., Futekov, L.*: Talanta 12, 371 (1965).
- (10) *Johnson, R. A., Kwan, F. P.*: Anayt. Chem. 23, 651 (1951).
- (11) *Nazarenko, I. I., Jermakov, A. N.*: Analiticeszkaja himija szelena i tellura. Izd. Nauka Moszkva, 1971.

TAKARMÁNYOK ANORGANIKUS SZELÉNTARTALMÁNAK SPEKTROFOTOMETRIÁS MEGHATÁROZÁSA

Sarudi Imre és Csapó Jánosné

A takarmánypremixekben nátrium-szelenitként jelenlevő szelént hig sósavas kioldás után 2,3-diamino-naftalin felhasználásával spektrofotometriásan határoztuk meg. A zavaró nehézfém-ionok eltávolítását vagy cink-hexaciano-ferrát(II) kollektor-csapadék alkalmazásával, vagy H⁺-formára hozott, erős kationcserélő műgyanta segítségével eszközöljük. Mindkét módszer megbízhatósága megfelel a gyakorlati követelményeknek.

SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF INORGANIC SELENIUM CONTENT OF FEED PREMIXES

Sarudi, I. and J. Csapó

The selenium present in the feed premixes as sodium-selenite was determined with spectrophotometry using 2,3-diamino-naphthalene after an extraction with diluted hydrochloric acid. The heavy metal ions disturbing the examination can be removed using either zinc-ferrocyanide collector precipitate or cation exchange resin in H⁺ form. The reliability of both methods meets the practical requirements.

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НЕ ОРГАНИЧЕСКОГО СЕЛЕНА В ФУРАЖЕ

И. Шаруди и Я. Чано

Авторы спектрофотометрически, применяя 2,3-диамино-нафталин определяют селен, находящийся в фуражных премиксах в виде селенита натрия, после растворения в разбавленной соляной кислоте. Удаление мешающих определению ионов тяжелых металлов осуществлялось с помощью цинк-гексациано-феррата [II] или с помощью приведенной в H⁺ форму сильной катионно-обменной синтетической смолы.

Надежность этих двух методов соответствует практическим требованиям.

SPEKTROPHOTOMETRISCHE BESTIMMUNG DES ANORGANISCHEN SELENGEHALTES VON FUTTERVORMISCHUNGEN

Sarudi, I. und J. Csapó

Das in Futtermittelvormischungen als Natriumselenit vorhandene Selen wird nach Extraktion mit verdünnter Salzsäure unter Anwendung von 2,3-Diamino-Naphtalin spektrophotometrisch bestimmt. Die Entfernung der störenden Schwermetallionen wurde entweder mit Zinkhexacyanoferrat (II) — Kollektor-Niederschlag oder mit in H⁺ gebrachten starkem Kationaustauscher durchgeführt. Die Zuverlässigkeit beider Methoden erfüllt die praktischen Anforderungen.