



5009.93—2017

食品安全国家标准
食品中硒的测定

2017 04 06 发布

2017 10 06 实施

发 布

前 言

GB 5009.93—2010《
》、SN/T 0860—2000《
SN/T 0926—2000《
GB 5009.93—2010
》、GB/T 21729—2008《
》。
：
；
。

食品安全国家标准

食品中硒的测定

1 范围

本标准适用于食品中硒的测定。

第一法 氢化物原子荧光光谱法

2 原理

食品经消解后，加入 6 mol/L 的盐酸，使硒以 SeCl₄ 形式存在。加入 KI 溶液，使 SeCl₄ 还原为 SeI₂。在碱性条件下，加入 NaBH₄ 溶液，使 SeI₂ 还原为硒化氢（H₂Se），经载气带入原子荧光分光光度计测定。

3 试剂和材料

本标准所用试剂均符合 GB/T 6682 的规定。

3.1 试剂

3.1.1 HNO₃：优级纯。

3.1.2 HClO₄：优级纯。

3.1.3 HCl：优级纯。

3.1.4 NaOH：优级纯。

3.1.5 H₂O₂：优级纯。

3.1.6 NaBH₄：优级纯。

3.1.7 [K₃Fe(CN)₆]：优级纯。

3.2 试剂的配制

3.2.1 硒标准溶液（9+1）：称取 100 mL 优级纯硒粉，溶于 900 mL 水中。

3.2.2 5 g/L 硒标准溶液：称取 5 g 硒粉，溶于 1 000 mL 水中。

3.2.3 8 g/L 硒标准溶液：称取 8 g 硒粉，溶于 1 000 mL 水中。

3.2.4 6 mol/L 盐酸：取 50 mL 优级纯浓盐酸，加入 40 mL 水，定容至 100 mL。

3.2.5 100 g/L KI 溶液：称取 10 g 优级纯 KI，溶于 100 mL 水中。

3.2.6 (5+95): 25 mL, 475 mL。

3.3 标准品

:1 000 mg/L,。

3.4 标准溶液的制备

3.4.1 (100 mg /L): 1.00 mL (1 000 mg/L) 10 mL, (5+95),。

3.4.2 (1.00 mg /L): (100 mg /L)1.00 mL 100 mL, (5+95),。

3.4.3 : (1.00 mg /L)0 mL、0.500 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 100 mL, (100 g/L)10 mL, (5+95), 0 μg/L、5.00 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L 30.0 μg/L。

注:。

4 仪器和设备

注: (1+5), ,。

4.1 :。

4.2 : 1 mg。

4.3 。

4.4 :。

5 分析步骤

5.1 试样制备

注: ,。

5.1.1 粮食、豆类样品

, ,。

5.1.2 蔬菜、水果、鱼类、肉类等样品

, , , ,。

5.1.3 饮料、酒、醋、酱油、食用植物油、液态乳等液体样品

。

5.2 试样消解

5.2.1 湿法消解

0.5 g~3 g(0.001 g) 1.00 mL~5.00 mL, , 10 mL - (9+1), 。

， 。 ， 2 mL ，
。 ， 5 mL (6 mol/L)，
10 mL ， 2.5 mL (100 g/L)， ， 。
。

5.2.2 微波消解

0.2 g~0.8 g(0.001 g) 1.00 mL~3.00 mL，
， 10 mL 、2 mL ， ， A
()。 ， ，
， ， ， 5 mL (6 mol/L)，
， ， ， 10 mL ， 2.5 mL (100 g/L)，
， 。

5.3 测定

5.3.1 仪器参考条件

： 340 V； 100 mA；
800 °C； 8 mm； 500 mL/min； 1 000 mL/min；
； 1 s； 15 s； 8 s； 2 mL。

5.3.2 标准曲线的制作

(5+95) ， (8 g/L) ， ，
， ， ，
， ， ， 。

5.3.3 试样测定

， ， ， ，
， 。

6 分析结果的表述

(1) ；

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times 1\ 000} \dots\dots\dots(1)$$

：
X —— ， (mg/kg mg/L)；
ρ —— ， (μg/L)；
ρ₀ —— ， (μg/L)；
V —— ， (mL)；
m —— ， (g mL)；
1 000 —— 。

≥1.00 mg/kg(mg/L) ， ， <1.00 mg/kg
(mg/L) ， 。

7 精密度

20%。

8 其他

10.2.5 (1+1): 5 mL 5 mL。

10.2.6 EDTA :

a) EDTA (0.2 mol/L): EDTA-2Na 37 g, ,
500 mL;

b) (100 g/L): 10 g , 100 mL, ;

c) (0.2 g/L): 50 mg , (1+1)1 ,
250 mL, ;

d) EDTA (0.2 mol/L) (100 g/L) 50 mL, (0.2 g/L)
5 mL, 1 L, 。

10.2.7 (1+9): 100 mL , 900 mL , 。

10.3 标准品

: 1 000 mg/L, 。

10.4 标准溶液的制备

10.4.1 (100 mg/L): 1.00 mL (1 000 mg/L) 10 mL ,
(1%) , 。

10.4.2 (50.0 μg/L): (100 mg/L) 0.50 mL, (1%)
1 000 mL, 。

10.4.3 : (50.0 μg/L) 0 mL、0.200 mL、1.00 mL、2.00 mL
4.00 mL, 0 μg、0.010 0 μg、0.050 0 μg、0.100 μg 0.200 μg, (1+9)
5 mL , 20 mL EDTA , (1+1) (1+9) (pH 1.5~
2.0)。
: DAN (1 g/L) 3 mL, , 5 min, ,
3 mL, 4 min, , ,
, 4,5- , 。

11 仪器和设备

注: (1+5) , , 。

11.1 。

11.2 : 1 mg。

11.3 。

11.4 。

11.5 。

12 分析步骤

12.1 试样制备

5.1。

12.2 试样消解

0.5 g~3 g(0.001 g) , 1.00 mL~5.00 mL,

， 10 mL - (9+1) ， 。
 ， 。 2 mL ，
 ， 5 mL (6 mol/L)， ，
 2 mL ， 。

12.3 测定

12.3.1 仪器参考条件

。 : 376 nm、 520 nm。

12.3.2 标准曲线的制作

4,5- 。
 ， ， 。

12.3.3 试样溶液的测定

12.2 (1+9) 5 mL ， 20 mL EDTA
 ， (1+1) (1+9) (pH 1.5~2.0)。 : DAN
 (1 g/L)3 mL， ， 5 min， ， 3 mL， 4 min，
 ， ，

⚠

(0.03 mg/L)。

第三法 电感耦合等离子体质谱法

GB 5009.268。

附 录
微波消解升温程序

A.1。

表 .1 微波消解升温程序

	/°C	/min	/min
1	120	6	1
2	150	3	5
3	200	5	10
