



中华人民共和国国家标准

GB 5009.93—2010

食品安全国家标准

食品中硒的测定

National food safety standard

Determination of selenium in foods

2010-03-26 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.93—2003《食品中硒的测定》。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 5009.93—2003；

——GB/T 12399—1996；

——GB 13105—1991。

食品安全国家标准

食品中硒的测定

1 范围

本标准规定了用氢化物原子荧光光谱法和荧光法测定食品中硒的方法。

本标准适用于食品中硒的测定。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本标准。

第一法 氢化物原子荧光光谱法

3 原理

试样经酸加热消化后,在 6 mol/L 盐酸介质中,将试样中的六价硒还原成四价硒,用硼氢化钠或硼氢化钾作还原剂,将四价硒在盐酸介质中还原成硒化氢(H_2Se),由载气(氩气)带入原子化器中进行原子化,在硒空心阴极灯照射下,基态硒原子被激发至高能态,在去活化回到基态时,发射出特征波长的荧光,其荧光强度与硒含量成正比。与标准系列比较定量。

4 试剂和材料

除非另有规定,本方法所使用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

4.1 硝酸:优级纯。

4.2 高氯酸:优级纯。

4.3 盐酸:优级纯。

4.4 混合酸:将硝酸与高氯酸按 9:1 体积混合。

4.5 氢氧化钠:优级纯。

4.6 硼氢化钠溶液(8 g/L):称取 8.0 g 硼氢化钠(NaBH_4),溶于氢氧化钠溶液(5 g/L)中,然后定容至 1 000 mL,混匀。

4.7 铁氰化钾(100 g/L):称取 10.0 g 铁氰化钾[$\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$],溶于 100 mL 水中,混匀。

4.8 硒标准储备液:精确称取 100.0 mg 硒(光谱纯),溶于少量硝酸中,加 2 mL 高氯酸,置沸水浴中加热 3 h~4 h,冷却后再加 8.4 mL 盐酸,再置沸水浴中煮 2 min,准确稀释至 1 000 mL,其盐酸浓度为 0.1 mol/L,此储备液浓度为每毫升相当于 100 μg 硒。

4.9 硒标准应用液:取 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 硒标准储备液 1.0 mL,定容至 100 mL,此应用液浓度为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

注:也可购买该元素有证国家标准溶液。

4.10 盐酸(6 mol/L):量取 50 mL 盐酸(4.3)缓慢加入 40 mL 水中,冷却后定容至 100 mL。

4.11 过氧化氢(30%)。

5 仪器和设备

5.1 原子荧光光谱仪,带硒空心阴极灯。