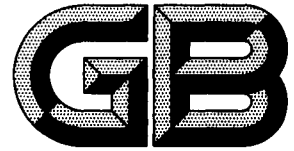


ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 12399—1996

食品中硒的测定

Determination of selenium in foods

1996-06-19发布

1996-09-01实施

中华人民共和国卫生部 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 中 硒 的 测 定
GB/T 12399—1996

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

<http://www.bzcs.com>

电话：63787337、63787447

1997年3月第一版 2005年1月电子版制作

*

书号：155066·1-13538

版权专有 侵权必究
举报电话：(010) 68533533

前 言

硒是人体必需的微量元素,但若摄入过多会对人体健康造成危害,近年来我国营养学家杨光圻教授根据大量人体资料,提出了硒的每人每日安全摄入量为 400 μg ,我国卫生部为了控制人体硒的摄入量,也制定了食品中硒的卫生标准 GB 13105—91,并配套研制了国家标准 GB 12399—90《食品中硒的荧光测定法》。鉴于该法操作繁琐、所用试剂 2,3-二氨基萘(2,3-diaminonaph-thalene,简称 DAN)毒性大、且需进口,本次修订提出了用较快速、简便、准确度、精密度好的氢化物原子荧光光谱法测定各类食品中的硒,以弥补 GB 12399—90 的不足。鉴于原子荧光光度计在国内尚未普及,故作为第二法补充本标准。

本标准于 1991 年首次发布,1994 年进行第一次修订。

本标准从发布之日起,同时代替 GB 12399—90。

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准第一法由中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所起草。

本标准第一法主要起草人:王光亚、周瑞华。

本标准第二法由北京市卫生防疫站、卫生部食品卫生监督检验所负责起草;北京进口食品卫生监督检验所参加起草。

本标准第二法主要起草人:田佩瑶、杨惠芬、毛红、阎军、黄流生。

本标准由卫生部委托技术归口单位卫生部食品卫生监督检验所负责解释。

中华人民共和国国家标准

GB/T 12399—1996

食品中硒的测定

代替 GB 12399—90

Determination of selenium in foods

1 范围

本标准规定了用荧光法和氢化物原子荧光光谱法测定食品中硒的方法。

本标准适用于各类食品中硒的测定。

第一篇 荧光法(第一法)

2 原理

样品经混合酸消化后,硒化合物被氧化为四价无机硒(Se^{4+}),与2,3-二氨基萘(2,3-diaminonaphthalene,简称DAN)反应生成4,5-苯并苯硒脑(4,5-benzo piaselenol),其荧光强度与硒的浓度在一定条件下成正比。用环己烷萃取后于激发光波长376 nm,发射光波长520 nm处测定荧光强度,与绘制的标准曲线比较定量。本方法检出限为3 ng。

3 试剂

3.1 环己烷。

3.2 硝酸。

3.3 过氯酸。

3.4 盐酸。

3.5 氢溴酸。

3.6 (1+9)盐酸溶液:取10 mL盐酸,加90 mL水。

3.7 (1+1)氨水。

3.8 (5+95)去硒硫酸:取5 mL去硒硫酸,加于95 mL水中。

去硒硫酸:取200 mL硫酸,加于200 mL水中,再加30 mL氢溴酸,混匀,置沙浴上加热蒸去硒与水至出现浓白烟,此时体积应为200 mL。

3.9 0.2 mol/L EDTA:称37 g EDTA二钠盐,加水并加热溶解,冷却后稀释至500 mL。

3.10 10%盐酸羟胺:称取10 g盐酸羟胺溶于水,稀释至100 mL。

3.11 混合酸:硝酸+过氯酸(2+1)。

3.12 0.1%2,3-二氨基萘(纯度95%~98%):需在暗室配制。称取200 mg DAN于一带盖三角瓶中,加入200 mL 0.1 mol/L盐酸,振摇约15 min,使其全部溶解。约加40 mL环己烷,继续振摇5 min,将此液转入分液漏斗中,待溶液分层后,弃去环己烷层,收集DAN层溶液。如此用环己烷纯化DAN直至环己烷中的荧光数值降至最低时为止(纯化次数视DAN纯度不同而定,一般约需纯化3~4次)。将提纯后的DAN溶液储于棕色瓶中,约加1 cm厚的环己烷覆盖溶液表面。置冰箱中保存。必要时再纯化一次。

3.13 硒标准溶液