

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.93—2003

代替 GB/T 12399—1996,部分代替 GB 13105—1991

食品中硒的测定

Determination of selenium in foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 中 硒 的 测 定

GB/T 5009.93—2003

*

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.bzeps.com>

电话:63787337、63787447

2004年8月第一版 2004年11月电子版制作

*

书号: 155066·1-21497

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准对应于 AOAC 3.102~3.107《食品中硒的测定》(1984 年第 14 版),本标准与 AOAC 3.102~3.107 的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 12399—1996《食物中硒的测定》和 GB 13105—1991《食品中硒限量卫生标准》中的测定方法。

本标准与 GB/T 12399—1996 相比主要修改如下:

——将 GB 13105—1991 中测定方法内容纳入本标准中;

——按 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分:化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准第一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。

本标准第一法主要起草人:毛红、杨惠芬、田佩瑶、阎军、黄流生。

本标准第二法由中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所负责起草。

本标准第二法主要起草人:王光亚、周瑞华、王淮洲、杨光圻、韩驰。

原标准于 1996 年发布,本次为第一次修订。

引 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,为了控制人体硒的摄入量,制定了 GB 13105—1991《食品中硒限量卫生标准》,并配套研制了国家标准 GB/T 12399—1996《食物中硒的测定方法》。鉴于 1996 版标准中测定方法操作繁琐,所用试剂 2,3-二氨基萘(2,3-diaminonaphthalene,简称 DAN)有一定毒性、且需进口,故本次修订中增加了快速、简便、准确度、精密度好的氢化物原子荧光光谱法,作为第二法。

食品中硒的测定

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。

第一法检出限为 3 ng,线性范围为 0.01 μg ~0.2 μg ;第二法为 0.5 ng/mL,线性范围为 0 ng/mL~400 ng/mL。

第一法 氢化物原子荧光光谱法

2 原理

试样经酸加热消化后,在 6 mol/L 盐酸(HCl)介质中,将试样中的六价硒还原成四价硒,用硼氢化钠(NaBH_4)或硼氢化钾(KBH_4)作还原剂,将四价硒在盐酸介质中还原成硒化氢(SeH_2),由载气(氩气)带入原子化器中进行原子化,在硒特制空心阴极灯照射下,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。

3 试剂

3.1 硝酸(优级纯)。

3.2 高氯酸(优级纯)。

3.3 盐酸(优级纯)。

3.4 混合酸:硝酸+高氯酸(4+1)混合酸。

3.5 氢氧化钠(优级纯)。

3.6 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。

3.7 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。

3.8 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。

3.9 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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4 仪器

4.1 原子荧光光度计。

4.2 电热板。

4.3 自动控温消化炉。

5 分析步骤

5.1 试样制备

5.1.1 粮食:试样用水洗三次,于 60 $^{\circ}\text{C}$ 烘干,用不锈钢磨粉碎,储于塑料瓶内,备用。

5.1.2 蔬菜及其他植物性食品:取可食部,用水洗净后用纱布吸去水滴,打成匀浆后备用。

5.1.3 称取 0.5 g~2.0 g 试样于 150 mL 高筒烧杯内,加 10.0 mL 混合酸及几粒玻璃珠,盖上表面皿