



中华人民共和国国家标准

GB 1903.56—2022

食品安全国家标准

食品营养强化剂 硒酸钠

2022-06-30 发布

2022-12-30 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

食品安全国家标准

食品营养强化剂 硒酸钠

1 范围

本标准适用于以亚硒酸、氢氧化钠制得亚硒酸钠,再用过氧化氢将亚硒酸钠氧化得到的食品营养强化剂硒酸钠。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

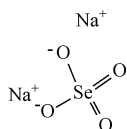
2.1 化学名称

硒酸钠

2.2 分子式

Na_2SeO_4

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

188.94(按 2018 年国际相对原子质量)

3 技术要求

3.1 感官要求

感官要求应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项目	要求	检验方法
色泽	白色或无色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽和状态
状态	结晶性粉末	

3.2 理化指标

理化指标应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项目		指标	检验方法
硒酸钠含量(以干基计), $\omega/\%$	\geq	99.0	附录 A 中 A.4
亚硒酸钠含量(以干基计), $\omega/\%$	\leq	0.1	附录 A 中 A.4
干燥减量, $\omega/\%$	\leq	0.5	GB 5009.3 直接干燥法 ^a
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq	1.0	附录 A 中 A.5
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	\leq	5.0	附录 A 中 A.5
镉(Cd)/(mg/kg)	\leq	1.0	附录 A 中 A.5
总汞(以 Hg 计)/(mg/kg)	\leq	1.0	附录 A 中 A.5
^a 称样量为 10 g。			

附录 A 检验方法

A.1 警告

按 GB 12268—2012 第 6 章的规定, 硒酸钠属于第 6.1 项毒性物质, 操作时应小心谨慎。本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性, 按国家相关规定操作, 使用时需小心谨慎。若溅到皮肤上应立即用水冲洗, 严重者应立即就医。在使用挥发性酸时, 应在通风橱中进行。

A.2 一般规定

本标准所用试剂和水在未注明其他要求时, 均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂和制品在未注明其他要求时, 均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时, 均指水溶液。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

A.3.1.2 硫酸(ρ 1.80 g/mL)。

A.3.1.3 氢氧化钠。

A.3.1.4 硫代硫酸钠溶液(100 g/L): 称取 10 g 五水硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), 用水溶解并定容至 100 mL。

A.3.1.5 盐酸溶液: 1+1。

A.3.1.6 硫酸溶液: 1+1。

A.3.1.7 氢氧化钠溶液(200 g/L): 称取 20 g 氢氧化钠, 用水溶解并定容至 100 mL。

A.3.1.8 盐酸联胺。

A.3.1.9 铂丝。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 电子天平: 感量为 0.01 g。

A.3.2.2 酒精灯。

A.3.3 鉴别方法

A.3.3.1 溶解性

称取约 1 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于烧杯中, 加入 12 mL 水, 摇动时间不少于 30 s, 并在 5 min 内观察样品的溶解情况。试样溶于水。

A.3.3.2 钠离子的鉴别

称取约 1 g 试样, 精确至 0.01 g, 溶于 10 mL 水中, 用铂丝蘸取盐酸在无色火焰上燃烧至无色, 再蘸

取试验溶液少许,在无色火焰上燃烧,火焰应呈亮黄色。

A.3.3.3 硒酸根离子的鉴别

A.3.3.3.1 硒的鉴别

称取 0.1 g 试样,精确至 0.01 g,溶于 10 mL 水中,加入 1 mL 盐酸溶液和 1 g 盐酸联胺,加热,产生红色沉淀。

A.3.3.3.2 硒酸根的鉴别

称取 0.1 g 试样,精确至 0.01 g,溶于 10 mL 水中,加入 2 mL 硫酸溶液和 2 mL 硫代硫酸钠溶液,摇匀,加入 2 mL 氢氧化钠溶液,不产生红色沉淀。亚硒酸钠会产生红色沉淀。

A.4 硒酸钠和亚硒酸钠含量的测定

A.4.1 方法原理

将硒酸钠溶于水,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,得到硒酸钠中亚硒酸钠含量;用盐酸加热还原六价硒为四价硒,用硫代硫酸钠标准滴定溶液测定得到总硒含量;用总硒含量减去四价硒含量,得出硒酸钠含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 硒:硒(Se)含量不小于 99.99%。

A.4.2.2 盐酸。

A.4.2.3 硝酸。

A.4.2.4 硫酸溶液:1+1。

A.4.2.5 盐酸溶液:1+1。

A.4.2.6 碘化钾溶液:100 g/L。

称取 10 g 碘化钾,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。贮存于棕色瓶中。此溶液现用现配。

A.4.2.7 淀粉指示液:10 g/L。

A.4.2.8 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.4.2.9 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.01 \text{ mol/L}$ 。吸取 10.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液(A.4.2.8)至 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀。

A.4.3 仪器和设备

A.4.3.1 电子天平:感量为 0.01 g 和 0.000 1 g。

A.4.3.2 电热板。

A.4.4 分析步骤

A.4.4.1 亚硒酸钠的测定

称取测定干燥减量后的试样 5.0 g,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 水溶解,加入 10 mL 硫酸溶液(A.4.2.4),摇匀。加入 2 mL 碘化钾溶液(A.4.2.6)摇匀后,再加入 5 mL 淀粉指示

液(A.4.2.7),用硫代硫酸钠标准滴定溶液(A.4.2.9)滴定至蓝色消失为终点。如果消耗滴定体积在10 mL以上,则将称取的试样的质量适当减少。

同时做空白试验。空白试验除不加试样外,其他加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与试验溶液相同。

A.4.4.2 硒酸钠的测定

称取测定干燥减量后的试样1.2 g,精确至0.000 1 g,置于250 mL烧杯中,缓慢加入20 mL盐酸后,盖上表面皿或小烧杯。低温加热30 min,勿使溶液沸腾。待溶液上层黄绿色散尽,取下冷却后,将溶液转移到100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

移取10.00 mL溶液,置于250 mL锥形瓶中,加入20 mL水溶解,加入10 mL盐酸溶液(A.4.2.5),摇匀。用硫代硫酸钠标准滴定溶液(A.4.2.8)滴定,近终点时加入2 mL碘化钾溶液(A.4.2.6)摇匀后,再加入5 mL淀粉指示液(A.4.2.7),继续滴定至蓝色消失为终点。

同时做空白试验。空白试验除不加试样外,其他加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与试验溶液相同。

A.4.5 结果计算

亚硒酸钠含量以亚硒酸钠(Na_2SeO_3)的质量分数 ω_1 计,按式(A.1)计算。

$$\omega_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c_1 \times M_1}{m_1 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V_1 ——A.4.4.1中试样溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——A.4.4.1中空白溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_1 ——A.4.4.1中称取测定干燥减量后的试样的质量,单位为克(g);

M_1 ——亚硒酸钠($\frac{1}{4}\text{Na}_2\text{SeO}_3$)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 43.23$)。

计算结果保留三位有效数字。取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.005%。

硒酸钠含量以硒酸钠(Na_2SeO_4)的质量分数 ω_2 计,按式(A.2)计算。

$$\omega_2 = \left[\frac{(V_3 - V_4) \times c_2 \times M_2 \times 100}{m_2 \times 1\,000} \times 100\% - \omega_1 \times 0.456\,6 \right] \times 2.393 \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

V_3 ——A.4.4.2中试样溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——A.4.4.2中空白溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_2 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_2 ——A.4.4.2中称取测定干燥减量后的试样的质量,单位为克(g);

M_2 ——硒($\frac{1}{4}\text{Se}$)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 19.74$);

ω_1 ——由式(A.1)计算的亚硒酸钠的质量分数;

0.456 6——亚硒酸钠换算为硒的系数;

2.393 ——硒换算为硒酸钠的系数。

计算结果保留三位有效数字。取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.3%。

A.5 铅、砷、镉、铬和汞含量的测定

A.5.1 方法原理

在硝酸介质中,采用工作曲线法,用等离子发射光谱仪,在相应波长处测定各待测元素含量。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 硝酸:优级纯或更高纯度。

A.5.2.2 盐酸:优级纯或更高纯度。

A.5.2.3 2%硝酸溶液。

A.5.2.4 混合标准溶液(100 mg/L):铅、砷、镉和铬,采用经国家认证并授予标准物质证书的多元素标准溶液。

A.5.2.5 汞标准溶液(100 mg/L):采用经国家认证并授予标准物质证书的单元素标准储备液。

A.5.2.6 氯化钠。

A.5.2.7 水:符合 GB/T 6682 中规定的一级水规格。

A.5.3 仪器

A.5.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)。

A.5.3.2 电子天平:感量为0.0001 g。

A.5.4 分析步骤

A.5.4.1 试样溶液的制备

称取约2 g试样,精确至0.0001 g,置于25 mL比色管中,加入15 mL水溶解后,加入0.5 mL硝酸,再用水定容至刻度,摇匀。

同时做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他加入试剂的种类和量与试样溶液相同。

A.5.4.2 钠盐基质溶液

称取约2 g氯化钠,精确至0.0001 g,置于25 mL比色管中,加入15 mL水溶解后,加入0.5 mL硝酸,再用水定容至刻度,摇匀。

A.5.4.3 钠盐基质匹配工作曲线溶液的制备

分别准确移取0 μ L、20 μ L、30 μ L、40 μ L、50 μ L、100 μ L、250 μ L混合标准液和汞标准溶液,置于7个50 mL容量瓶中,用钠盐基质溶液(A.5.4.2)稀释至刻度,摇匀,配制成0 μ g/mL、0.04 μ g/mL、0.06 μ g/mL、0.08 μ g/mL、0.1 μ g/mL、0.2 μ g/mL和0.5 μ g/mL的系列标准溶液。

A.5.4.4 测定

按电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)操作规程打开仪器,待仪器处于稳定状态后,选择分析谱线波长:砷(189.042 nm)、镉(228.802 nm)、铬(267.716 nm)、铅(220.353 nm)和汞(194.164 nm)。以2%硝酸溶液为空白对工作曲线溶液进行测定,以待测元素的浓度为横坐标,其对应的响应值为纵坐标

绘制标准曲线。同时测定试样溶液和空白溶液的响应值,由钠盐基质匹配工作曲线查得待测元素的质量浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

A.5.5 结果计算

待测元素含量以 w_3 计,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(A.3)计算。

$$w_3 = \frac{(\rho_x - \rho_0) \times 25}{m_3} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

ρ_x —— 试样溶液中被测元素质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 —— 试样空白液中被测元素质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

25 —— 试样消化液定容体积,单位为毫升(mL);

m_3 —— 称取试样的质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 10%。