



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

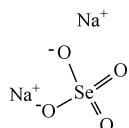
2.1 化学名称

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), w/%	≥ 99.0	附录 A 中 A.4
亚硒酸钠含量(以干基计), w/%	≤ 0.1	附录 A 中 A.4
干燥减量, w/%	≤ 0.5	GB 5009.3 直接干燥法 ^a
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 1.0	附录 A 中 A.5
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 5.0	附录 A 中 A.5
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 1.0	附录 A 中 A.5
总汞(以 Hg 计)/(mg/kg)	≤ 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($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

A.3.1.2 硫酸($\rho 1.80 \text{ g/mL}$)。

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, 摆匀。

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), 摆匀。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 w_1 计,按式(A.1)计算。

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 w_2 计,按式(A.2)计算。

$$w_2 = \left[\frac{(V_3 - V_4) \times c_2 \times M_2 \times 100}{m_2 \times 1000} \times 100\% - w_1 \times 0.4566 \right] \times 2.393$$

.....(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);

V₄ ——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_{m} ——硒($\frac{1}{2}\text{Se}$)的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol)

ω_1 ——由式(A.1)计算的亚硒酸

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 0.000 1 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 0.000 1 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 0.000 1 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 μL、20 μL、30 μL、40 μL、50 μL、100 μL、250 μL 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 μg/mL、0.04 μg/mL、0.06 μg/mL、0.08 μg/mL、0.1 μg/mL、0.2 μg/mL 和 0.5 μg/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($\mu\text{g/mL}$)。

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。

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%。