

# DBS42

## 湖北省食品安全地方标准

DBS 42/ 002—2014

---

### 富有机硒食品硒含量要求

2014-05-09 发布

2014-11-01 实施

湖北省卫生和计划生育委员会 发布

## 前 言

本标准按GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准的某些内容可能涉及专利，本标准的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准的附录A为规范性附录。

本标准由湖北恩施聚硒康农业科技有限公司、湖北省硒资源开发利用促进会提出。

本标准由湖北省食品安全标准审评委员会归口。

本标准起草单位：湖北恩施聚硒康农业科技有限公司、湖北省硒资源开发利用促进会、恩施自治州质量协会、恩施自治州预防医学会。

本标准主要起草人：彭祚全、黄开勋、朴建华、向极钎、胡蔚红、朱扬军、雷红灵、薛华、卢先纪。

本标准为首次发布。

# 富有机硒食品硒含量要求

## 1 范围

本标准规定了富有机硒食品的术语和定义、基本原则、总硒与有机硒含量及标签标识要求。

本标准适用于种植（养殖）、生长在富硒土壤或通过生物转化等措施生产的富含有机硒的农副产品及其加工产品。

本标准不适用于在加工过程中添加硒的强化食品。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件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文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 5009.93 食品安全国家标准 食品中硒的测定

GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则

GB 13432 食品安全国家标准 预包装特殊膳食用食品标签

GB 28050 食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则

## 3 术语和定义

本标准采用下列术语和定义。

### 3.1

#### 3.2 富有机硒食品

食品中总硒含量达到本标准规定指标，且有机硒含量 总硒80%的食品。

## 4 基本原则

4.1 本标准仅规定了食品中总硒、有机硒的含量要求，其它指标应符合相应的食品安全国家标准、地方标准的规定。

4.2 食品中总硒的测定方法按 GB 5009.93 的规定执行，有机硒含量采用差减法，即总硒含量减去无机硒含量等于有机硒含量。无机硒的测定方法暂按附录 A 的规定执行。

## 5 总硒、有机硒含量

应符合表1的规定。

表1 总硒、有机硒含量

项目	指标	
	总硒 (以 Se 计, $\mu\text{g}/100\text{g}$ 或 $100\text{mL}$ )	有机硒
粮食类:		总硒的 80%
大米、玉米、小麦	20.0 ~ 50.0	
其它黍类	20.0 ~ 100.0	
粮食加工品	20.0 ~ 50.0	
豆类及其制品	20.0 ~ 200.0	
薯类及其制品	20.0 ~ 100.0	
蔬菜类:		
鲜蔬菜 (干基)	20.0 ~ 50.0	
食用菌 (干基)	20.0 ~ 100.0	
大蒜、西兰花、甘蓝	20.0 ~ 200.0	
其他蔬菜	20.0 ~ 50.0	
水果类		
鲜果 (干基)	20.0 ~ 50.0	
干果	20.0 ~ 100.0	
果制品	22.0 ~ 50.0	
畜禽水产类		
冷鲜肉	20.0 ~ 100.0	
肉类制品	20.0 ~ 100.0	
内脏	20.0 ~ 200.0	
蛋类及蛋制品	20.0 ~ 50.0	
鲜水产 (干基)	20.0 ~ 50.0	
水产制品	20.0 ~ 100.0	
鲜奶及奶制品类		
液态	10.0 ~ 30.0	
固态	20.0 ~ 50.0	
饮品类		
茶叶、代用茶、茶制品	20.0 ~ 500.0	
酒类	10.0 ~ 100.0	

表 1 ( 续 )

单位：μg/100g或mL

项目	指标	
	总硒 ( 以 Se 计 , μg/100g 或 100mL )	有机硒
其它类		总硒的 80%
蜂蜜及其制品	20.0 ~ 200.0	
食用植物油	10.0 ~ 50.0	
食品调料		
固态	20.0 ~ 300.0	
液态	10.0 ~ 200.0	

## 6 检验方法

### 6.1 总硒

按GB 5009.93规定的方法测定。

### 6.2 有机硒

采用差减法，即总硒含量减去无机硒含量等于有机硒含量。无机硒的测定方法按附录A的规定测定。

## 7 标注要求

7.1 标签、标识应符合 GB 7718、GB 13432、GB 28050 的规定。

7.2 在标签、标识中声称“富有机硒食品”，应符合本标准的规定，并在标签、标识上同时标明总硒及有机硒的含量。

附 录 A  
(规范性附录)  
无机硒含量的测定

### A.1 原理

A.1.1 试样经酸加热消化后所含六价硒还原成四价硒，将四价硒在盐酸介质中还原成硒化氢(SeH)，由载气(氢气)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。

A.1.2 无机硒测定样品前处理：将检样进行粉碎，在超纯水中置70℃高温水浴中进一步振荡抽提，再用超声波提取，离心去掉胶体有机成分，最后用环己烷充分萃取小分子有机物，分离出水相按GB 5009.93进行无机硒测定。测定过程中加入的铁氰化钾对残留有机物可能出现的干扰具有还原作用，可最大限度的减少误差干扰。本法检出限0.25 μg/L，加标回收率93.5%~105%。

### A.2 试剂

A.2.1 硝酸(优级纯)。

A.2.2 高氯酸(优级纯)。

A.2.3 盐酸(优级纯)。

A.2.4 混合酸：硝酸+高氯酸(4+1)混合酸。

A.2.5 氢氧化钠(优级纯)。

A.2.6 硼氢化钠溶液(8g/L)：称取8.0g 硼氢化钠(NaBH<sub>4</sub>)，溶于氢氧化钠溶液(5g/L)中，然后定容至1000mL。

A.2.7 铁氰化钾(100g/L)：称取10.0g铁氰化钾(K<sub>3</sub>Fe(CN)<sub>6</sub>)，溶于100mL水中，混匀。

A.2.8 硒标准储备液：精确称取0.1000gSe(光谱纯)，溶于少量硝酸中，加2ml高氯酸，置沸水浴中加热3 h~4 h冷却后再加8.4ml盐酸，再置沸水浴中煮2min，准确稀释至1000mL，其盐酸浓度为0.1mol/L，此储备液浓度为每毫升相当于100 μg Se。

A.2.9 硒标准应用液：取100 μg / mL硒标准储备液1.0mL，定容至100mL，此应用液浓度为1 μg / mL。

A.2.10 盐酸(6mol/L)：量取 50 mL盐酸缓慢加入 40 mL水中，冷却后定容至 100 mL。

A.2.11 过氧化氢(30%)。

### A.3 仪器

A.3.1 原子荧光光度计。

A.3.2 电热板或微波消化器。

A.3.3 天平，感量为1mg。

A.3.4 粉碎机。

A.3.5 烘箱。

#### A.4 操作分析步骤

##### A.4.1 硒标准曲线的制作

分别取0.0,0.1,0.2,0.3,0.4,0.5 mL标准应用液于15 mL离心管中用去离子水定容至10mL,再分别加浓盐酸2ml,铁氰化钾1mL,混匀,制成标准工作曲线。

##### A.4.2 试样制备

A.4.2.1 粮食：试样用水洗三次，于60℃烘干，粉碎，储于塑料瓶内，备用。

A.4.2.2 蔬菜及其他植物性食物：取可食部用水洗净后用纱布吸去水滴，打成匀浆后备用。

A.4.2.3 其它固体试样：粉碎，混匀，备用。

A.4.2.4 液体试样：混匀，备用。

A.4.2.15 总硒测定试样制备：称取0.5g~2.0g(精确至0.001g)试样，液体试样吸取1.00mL~10.00mL，置于150mL高筒烧杯内，加10.0mL混合酸及几粒玻璃珠，盖上表面皿冷消化过夜。次日于电热板上加热，并及时补加混合酸。当溶液变为清亮无色并伴有白烟时，再继续加热至剩余体积2mL左右，切不可蒸干。冷却，再加5mL6mol/L盐酸，继续加热至溶液变为清亮无色并伴有白烟出现，以完全将六价硒还原成四价硒。冷却，转移定容至50mL容量瓶中。同时做空白试验，微波消化法参照GB 5009.93执行。

A.4.2.26 无机硒测定试样制备：准确称取试样0.5000g~2.000g(精确至0.001g)，液体试样吸取1.00mL~10.00mL，粉碎后置于250mL锥形瓶中，加入25mL~30mL超纯水，置70℃水浴振荡提取30min，再经超声波提取20min，然后在4000r/min条件下离心15min或用定量滤纸过滤，残渣重复1~2次，合并上清液或滤液，用环己烷萃取2~5次(必要时可增加环己烷用量及萃取次数)，分离出水相，在70℃水浴上蒸发至约5mL~10mL，按5.2.1 A.4.2.5进行处理。同时做空白试验。

A.4.2.3 待测试样制备：取10mL试样消化液置于15mL比色管中，加浓盐酸(A.2.33.3)2.0mL，铁氰化钾溶液(A.2.73.7)1.0mL，混匀待测。

##### A.4.3 测定

A.4.3.1 仪器参考条件：负高压：280V；灯电流：100mA；原子化温度：800℃；炉高：8mm；载气流速：500 mL/min；屏蔽气流速：1000mL/min；测量方式：标准曲线法；读数方式：峰面积；延迟时间：1s；读数时间：15s；加液时间：8s；进样体积：2mL。

A.4.3.2 结果选择仪器自动计算结果方式得到。设定好仪器最佳条件，在试样参数画面，输入以下参数：试样质量(g或mL)，稀释体积(mL)，并选择结果的浓度单位，开始测量标准空白，

待读数稳定之后，转入标准系列测量，标准曲线符合要求时，进行样品空白测量，随后即可依次测定试样。测定完毕后，选择“打印报告”即可将自动打印检测结果。设定好仪器最佳条件，逐步将炉温升至所需温度后，稳定 10 min~20 min后开始测量。连续用标准系列的零管进样，待读数稳定之后，转入标准系列测量，绘制标准曲线。转入试样测量，分别测定试样空白和试样消化液，每测不同的试样前都应清洗进样器。试样测定结果按 A5计算。

#### A.5 分析结果的表述

按式（1）计算试样中无机硒的含量：

$$X = \frac{(C - C_0) \times V \times 1000}{m \times 1000 \times 1000}$$

式中：

X ——试样中硒的含量，单位为毫克每千克或毫克每升（mg/kg 或mg/L）；

C ——试样消化液测定浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

C<sub>0</sub> ——试样空白消化液测定浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

m ——试样质量（体积），单位为克（g或 mL）；

V ——试样消化液总体积，单位为毫升（mL）。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

#### A.56 结果的允许误差精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。