

中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

食品安全国家标准
食品营养强化剂 硒酸钠

(征求意见稿)

201×-××-××发布

201×-××-××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

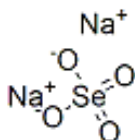
2.1 化学名称

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	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/%	≧	1.0	GB 5009.3 直接干燥法 ^a
水不溶物，w/%	≧	0.05	附录 A 中 A.5
氯化物(以 Cl 计)，w/%	≧	0.1	附录 A 中 A.6
硫酸盐(以 SO ₄ 计)，w/%	≧	0.2	附录 A 中 A.7
铅 (Pb) / (mg/kg)	≧	5.0	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷（以 As 计）/ (mg/kg)	≧	5.0	GB 5009.11 或 GB 5009.76
^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 (V+V)。

A.3.1.6 硫酸溶液: 1+1 (V+V)。

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 钠离子的鉴别

称取约1 g试样，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.3.3.2 硒酸根离子的鉴别

A.3.3.2.1 硒的鉴别:

称取0.1 g试样溶于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.3.3.2.2 硒酸根的鉴别:

称取0.1 g试样溶于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（V+V）。

A. 4. 2. 5 盐酸溶液：1+1（V+V）。

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0.0001 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0.0001 g，置于250 mL锥形瓶中，加入50 mL水溶解，加入10 mL硫酸溶液，摇匀。加入2 mL碘化钾溶液摇匀后，再加入5 mL淀粉指示液，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0.0001 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。定容后溶液留用作硫酸盐测定实验用。

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，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碘化钾溶液摇匀后，再加入5 mL淀粉指示液，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_I 计，按公式（A.1）计算：

$$w_I = \frac{(V_1 - V_2) \times c_I \times M_I}{m_I \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots \text{(A.1)}$$

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_I ——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0.05%。

硒酸钠含量以硒酸钠（ Na_2SeO_4 ）的质量分数 w_2 计，按公式（A.2）计算：

$$w_2 = \left[\frac{(V_3 - V_4) \times c_2 \times M_2}{m_2 \times 100} \times 100\% - w_1 \times 0.4566 \right] \times 2.393 \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

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）（ $M=19.74$ ）。

w_2 ——由公式（2）计算的亚硒酸钠的质量分数；

0.4566——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 水不溶物含量的测定

A.5.1 方法提要

将试样溶解后，经过滤、洗涤、烘干、称重后确定水不溶物含量。

A.5.2 试剂和材料

氯化钡溶液：25%。称取25.0 g氯化钡，用水溶解并稀释定容至100 mL。

A.5.3 仪器和设备

A.5.3.1 电子天平：感量为0.0001 g。

A.5.3.2 玻璃砂坩埚G4：滤板孔径 4 μm -7 μm 。

A.5.3.3 电热恒温干燥箱：温度可控制在105 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

A.5.4 分析步骤

称取约10 g试样，精确至0.0001 g。置于250 mL烧杯中，加入100 mL水使试样完全溶解。用预先在105 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤，用热水洗涤，过程中取少量滤液中加入氯化钡溶液，以不产生白色沉淀判断无硒酸根离子。将玻璃砂坩埚置于电热恒温干燥箱中，于105 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

A.5.5 结果计算

水不溶物以质量分数 w_3 计，按公式（A.3）计算：

$$w_3 = \frac{m_3 - m_4}{m_5} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

m_3 ——干燥后玻璃砂坩埚和不溶物的质量，单位为克（g）；

m_4 ——玻璃砂坩埚的质量，单位为克（g）；

m_5 ——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0.005%。

A. 6 氯化物的测定

A. 6.1 方法提要

在酸性条件下，硒酸钠溶液中的氯离子与硝酸银溶液生成白色氯化银沉淀，用目测法与标准溶液比较浊度。

A. 6.2 试剂和材料

A. 6.2.1 硝酸。

A. 6.2.2 稀硝酸：移取硝酸105 mL，用水定容至1000 mL。

A. 6.2.3 硝酸银溶液（0.1 mol/L）：称取硝酸银16.99 g，用水溶解并定容至1000 mL。

A. 6.2.4 标准氯化物溶液：精密称取165 mg于500~600℃干燥至恒重的氯化钠，用水溶解并稀释至1000.0 mL，混匀，每mL中含0.1 mg的Cl⁻。

A. 6.3 仪器和设备

电子天平：感量为0.01 g和0.0001 g。

A. 6.4 分析步骤

A. 6.4.1 试样溶液制备

称取0.5 g试样，精确至0.01 g，置于50 mL纳氏比色管中，加20 mL水溶解，作为试样溶液。

A. 6.4.2 标准溶液制备

移取5.00 mL氯化钠标准溶液，置于50 mL纳氏比色管中，用20 mL水稀释，作为标准溶液。

A. 6.4.3 测定

在试样溶液和标准溶液中分别加入10 mL稀硝酸和1 mL硝酸银溶液，并分别用水定容至50 mL。缓慢摇匀，避光放置5 min。

将两者同置黑色背景上，从比色管上方向下观察，比较所产生的浊度。试样溶液的浊度不得深于标准溶液的浊度，即试样中的氯化物不大于0.1%。

A. 7 硫酸盐的测定

A. 7.1 方法原理

用盐酸加热还原六价硒为四价硒，然后在酸性条件下，溶液中的硫酸根离子与氯化钡溶液生成硫酸钡沉淀，用目测法与标准溶液比较浊度。

A. 7.2 试剂和材料

A. 7.2.1 盐酸。

A. 7.2.2 稀盐酸：移取盐酸234 mL，用水定容至1000 mL。

A. 7.2.3 氯化钡溶液：25%。称取25.0 g氯化钡，用水溶解并稀释定容至100 mL。

A. 7.2.4 标准硫酸盐溶液：精密称取于105~110℃干燥至恒重的无水硫酸钠148 mg，加水溶解并稀释至1000.0 mL。混匀，每1 mL含0.1 mg SO₄²⁻。

A. 7.3 仪器和设备

电子天平：感量为0.0001 g。

A. 7.4 分析步骤

A. 7.4.1 试样溶液制备

称取干燥至恒重的试样1.2 g，精确至0.0001 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25.00 mL上述溶液，置于50 mL纳氏比色管中，作为试样溶液。

A. 7. 4. 2 标准溶液制备

移取6.00 mL硫酸盐标准溶液，置于50 mL纳氏比色管中，用20 mL水稀释，作为标准溶液。

A. 7. 4. 3 测定

在试样溶液和标准溶液中分别加入2 mL稀盐酸和5 mL氯化钡溶液，并分别用水定容至50 mL。缓慢摇匀，放置10 min。

将两者同置黑色背景上，从比色管上方向下观察，比较所产生的浊度。试样溶液的浊度不得深于标准溶液的浊度，即试样中的硫酸盐不大于0.2%。
