

测定水产品中有机硒和无机硒的应用方案（原子荧光光谱法）

方案依据 SN/T 4526--2016

GB/T 602 化学试剂杂质测定用标准溶液的制备

GB 5009.93 食品安全国家标准食品中硒的测定(第一法：氢化物原子荧光光谱法)

GB/T 6682：分析实验室用水规格和试验方法

方法原理

水产品中的硒以不同的化学形式存在,包括无机硒和有机硒。试样中无机硒经(1 + 1)盐酸水浴条件下振荡提取，与有机硒分离,用氢化物发生原子荧光光谱法测定无机硒含量。有机硒含量由总硒含量减去无机硒含量得到。

仪器及试剂和材料

美析 AFS-680 原子荧光光度计,附硒空心阴极灯。

恒温水浴振荡器。

电热板。

组织捣碎机。

除非另有规定,本方法所使用的试剂均为优级纯,实验用水应符合 GB/T 6682 中规定的一级水。 盐酸($\rho=1.19$ g/ mL)。

盐酸(1 + 1):吸取 50 mL 盐酸缓慢加入 40 mL 水中,冷却后用水定容至 100 mL。

盐酸(2 + 98):吸取 2 mL 盐酸缓慢加入 80 mL 水中,冷却后用水定容至 100 mL。

氢氧化钠(5 g/L):称取 5.0 g 氢氧化钠溶于水中,冷却后用水定容至 1 000 mL。

硼氢化钠(10 g/L):称取 10.0 g 硼氢化钠溶于氢氧化钠中,用氢氧化钠定容至 1 000 mL。

铁氰化钾(100 g/L):称取 10.0 g 铁氰化钾溶于水中,用水定容至 100 mL,摇匀。

硒标准储备液(1 000 ug/mL):各元素标准溶液按 GB/T 602 方法配制,或直接使用市售有证

国家标准溶液。

硒标准应用液(1.0 ug/ mL):由硒标准储备液以盐酸(2+98)逐级稀释而成。

环己烷。

正辛醇。

氩气,纯度≥99.99 %。

分析步骤

试样制备

取代表性样品约 500 g,取其可食部分切碎后,用捣碎机将样品打成浆状,混匀,装入洁净容器封,标明标记。试样于-18 °C下保存。在抽样及制样的操作过程中,应防止样品受到污染。

总硒的测定

测定按 GB 5009.93 食品中硒的测定(第一法：氢化物原子荧光光法)进行。

无机硒的测定

试样处理

称取 2.5 g 试样(精确到 0.001 g)置于 25 mL 具塞刻度试管中,加入盐酸(1+1)20.00 mL,并用盐酸(1+1)定容至 25 mL,混匀,置于 60°C 恒温水浴中 200 r/ min 振荡浸提 18 h,取出冷却至室温,再用脱脂棉过滤。将滤液倒入分液漏斗中,加入 5 mL 环己烷萃取,收集水相于烧杯中。准确吸 4.00 mL 水相于 10 mL 具塞刻度试管中,置于沸水浴中 20 mm,取出冷却至室温,分别加入 1.0 mL 铁氰化钾、3 滴正辛醇,用水定容至 10 mL,摇匀待测。

空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

标准系列溶液的配制

分别准确吸取硒标准应用液 (1.0ug/mL)0.00 mL,0.050 mL,0.200 mL,0.400 mL,0.60

mL,1.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,分别加入 10 mL 盐酸,5.0 mL 铁氰化钾、3 滴正辛醇,用水稀释并定容至刻度,摇匀待测。硒标准系列溶液浓度为 0、1.00、4.00、8.00、12.0、20.0 (ug/l)

以盐酸(2+98)为载流、硼氢化钠为还原剂,测定空白溶液的荧光强度后,按顺序由低到高分
别测定硒系列标准工作溶液的荧光强度,根据荧光强度和对应的元素浓度绘制硒标准曲线。

结果计算

无机硒

按式(1)计算试样中无机硒含量:

$$X_1 = \frac{(c_1 - c_{01}) \times f \times 1\,000}{m \times 1\,000 \times 1\,000} \quad \dots\dots (1)$$

式中:

X₁——试样中无机硒的含量,单位为毫克每千克 mg/kg);

c₁——试样提取液测定浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

C₀₁——试剂空白测定浓度,单位为纳克每毫升(ng/ mL)

m——试样质量,单位为克(g)

f ——f =25 mL×10 mL/4 mL。

有机硒

按式(2)计算试样中有机硒含量:

$$X_2 = X - X_1 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X₂——试样中有机硒的含量,单位为毫克每千克(mg/ kg);

X——试样中总硒含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

X₁——试样中无机硒的含量,单位为毫克每千克(mg/kg)。

关于美析

美析主营光谱类仪器可见分光光度计、紫外可见分光光度计、原子吸收光谱仪、超微量分光光度计、原子荧光光度计、ICP 电感耦合等离子体发射光谱仪、ICP 电感耦合等离子体质谱仪，目前，我们的产品已广泛应用于有机化学、无机化学、生物化学、医药、环保、冶金、石油、农业等领域。同时美析利用在产品机械结构、光学设计、电气应用和软件开发方面积累的丰富经验，结合市场的最新实际需求，近期将陆续推出一批全新的分析类仪器。