

中华人民共和国国家标准

GB 1903.9—2015

食品安全国家标准

食品营养强化剂 亚硒酸钠

2015-11-13 发布

2016-05-13 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

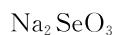
食品营养强化剂 亚硒酸钠

1 范围

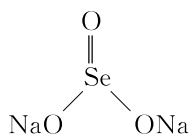
本标准适用于以亚硒酸、氢氧化钠为原料制得的食品营养强化剂亚硒酸钠。

2 化学式、结构式和相对分子质量

2.1 化学式



2.2 结构式



2.3 相对分子质量

172.94(按 2011 年国际相对原子质量计)

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、组织形态	白色或微显红色的结晶或结晶性粉末	取适量试样,置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽和组织形态
溶液澄清度与颜色	溶液应澄清无色;若浑浊,≤2 号浊度标准液;若显色,≤2 号橙红色标准液	附录 A 中 A.4

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
亚硒酸钠含量(以干基计), $\omega/\%$	96.4~100.8	附录 A 中 A.5
硒含量(以干基计), $\omega/\%$	44.0~46.0	附录 A 中 A.6
碱度/(mmol/g) \leq	0.25	附录 A 中 A.7
氯化物(以 Cl 计), $\omega/\%$ \leq	0.1	附录 A 中 A.8
硫酸盐(以 SO_4 计), $\omega/\%$ \leq	0.2	附录 A 中 A.9
水不溶物, $\omega/\%$ \leq	0.1	附录 A 中 A.10
干燥减量, $\omega/\%$ \leq	1.0	GB 5009.3 直接干燥法
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg) \leq	10.0	GB 5009.74
砷(As)/(mg/kg) \leq	0.5	GB 5009.76

附录 A 检验方法

A.1 警示

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,严重者应立即治疗。在使用挥发性酸时,应在通风橱中进行。

A.2 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验方法中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。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 浓盐酸。

A.3.1.2 硫氰酸铵溶液:80 g/L。

A.3.1.3 硫酸铜溶液:125 g/L。

A.3.1.4 醋酸溶液:6+100。

A.3.1.5 硫代硫酸钠溶液:称取 24.9 g 五水硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),溶解于 1 000 mL 水中。

A.3.1.6 盐酸溶液:1+1。

A.3.1.7 铂丝。

A.3.2 鉴别方法

A.3.2.1 钠离子的鉴别

取铂丝,用浓盐酸湿润后,蘸取试样少许,在无色火焰上燃烧,火焰呈鲜黄色。

A.3.2.2 亚硒酸根离子的鉴别(选用一种方法即可)

A.3.2.2.1 取约 0.1 g 试样,溶于 5 mL 水,加入硫氰酸铵溶液 1 mL,再加入浓盐酸数滴使成酸性,即产生红色混浊。

A.3.2.2.2 取约 0.1 g 试样,溶于 5 mL 水,加入硫酸铜溶液 1 mL,即产生蓝绿色沉淀,此沉淀溶于醋酸溶液。

A.3.2.2.3 取约 0.05 g 试样,加入盐酸溶液 5 mL,振摇使其溶解,再加入硫代硫酸钠溶液 2 mL,加热,溶液呈橘红色。

A.4 溶液澄清度与颜色的测定

A.4.1 溶液颜色的测定

A.4.1.1 试剂和材料

A.4.1.1.1 盐酸溶液:1+40。

A.4.1.1.2 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.4.1.1.3 淀粉指示液:称取可溶性淀粉 0.5 g,加水 5 mL 摇匀后,缓缓倾入 100 mL 沸水,并搅拌,继续煮沸 2 min,冷却,吸取上层清液,临用前配制。

A.4.1.1.4 氨试液:量取浓氨水 400 mL,加水稀释至 1 000 mL。

A.4.1.1.5 乙酸-乙酸钠缓冲液(pH6.0):称取乙酸钠 54.6 g,加 1 mol/L 乙酸溶液 20 mL 溶解后,加水稀释至 500 mL。

A.4.1.1.6 二甲酚橙指示液:称取 0.2 g 二甲酚橙,溶解于 100 mL 水中。

A.4.1.1.7 乙二胺四乙酸二钠滴定液: $c(\text{Na}_2\text{EDTA})=0.05\text{ mol/L}$ 。

A.4.1.2 分析步骤

A.4.1.2.1 各种色调标准储备液的制备

A.4.1.2.1.1 重铬酸钾溶液:精密称取在 120 °C 干燥至恒重的基准重铬酸钾 400 mg,用水定容至 500 mL。(每 1 mL 溶液中含 0.800 mg 的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)。

A.4.1.2.1.2 硫酸铜溶液:取约 32.5 g 硫酸铜,溶解于 500 mL 盐酸溶液中,精密量取 10 mL 置于碘量瓶中,加 50 mL 水,4 mL 乙酸与 2 g 碘化钾,用硫代硫酸钠标准溶液滴定,近终点时,加淀粉指示液 2 mL 继续滴定至蓝色消失。每 1 mL 硫代硫酸钠标准溶液(0.1 mol/L)相当于 24.97 mg 的 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 。根据上述测定结果,在剩余的原溶液中加入适量的盐酸溶液,使每 1 mL 溶液中含 62.4 mg 的 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 。

A.4.1.2.1.3 氯化钴溶液:取约 32.5 g 氯化钴,溶解于 500 mL 盐酸溶液中,精密量取 2 mL 置于锥形瓶中,加水 200 mL 摇匀,加氨试液至溶液由浅红色转变成绿色后,加乙酸-乙酸钠缓冲液(pH6.0)10 mL,加热至 60 °C,再加二甲酚橙指示液 5 滴,用乙二胺四乙酸二钠滴定液(0.05 mol/L)滴定至溶液显黄色。每 1 mL 乙二胺四乙酸二钠滴定液(0.05 mol/L)相当于 11.90 mg 的 $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。根据上述测定结果,在剩余的原溶液中加入适量的盐酸溶液,使每 1 mL 溶液中含 59.5 mg 的 $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。

A.4.1.2.1.4 各种色调标准储备液的制备:按表 A.1 精密量取比色用氯化钴溶液、比色用重铬酸钾溶液、比色用硫酸铜溶液与水,摇匀,即得。

表 A.1 各种色调标准储备液的配制

色调	比色用氯化钴液 mL	比色用重铬酸钾液 mL	比色用硫酸铜液 mL	水 mL
黄绿色	1.2	22.8	7.2	68.8
黄色	4.0	23.3	0	72.7
橙黄色	10.6	19.0	4.0	66.4
橙红色	12.0	20.0	0	68.0
棕红色	22.5	12.5	20.0	45.0

A.4.1.2.2 各种色调色号标准比色液的制备

按表 A.2 精密量取各色调标准储备液与水,摇匀,即得。

表 A.2 各种色调色号标准比色液的配制

色号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
储备液/mL	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	4.5	6.0	7.5	10.0
加水量/mL	9.5	9.0	8.5	8.0	7.5	7.0	5.5	4.0	2.5	0

A.4.1.2.3 测定

称取 1.0 g 试样,置于 10 mL 纳氏比色管中,用 10 mL 新沸过的冷水溶解,溶液应无色。如显色,与同体积的橙红色 2 号标准液比较,不得更深。

A.4.2 溶液澄清度的测定

A.4.2.1 试剂和材料

10%乌洛托品溶液:称取 10 g 乌洛托品,溶解于 100 mL 水中。

A.4.2.2 分析步骤

A.4.2.2.1 浊度标准储备液的制备

称取于 105 °C 干燥至恒重的硫酸肼 1.00 g,加水溶解后定容至 100 mL,必要时可在 40 °C 的水浴中温热溶解,摇匀,放置 4 h~6 h;取此溶液与等体积的 10%乌洛托品溶液混合,摇匀,于 25 °C 避光静置 24 h 后使用。该溶液可置于冰箱内避光保存 2 个月。

A.4.2.2.2 浊度标准原液的制备

取浊度标准储备液 15.0 mL,置于 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,取该溶液用 1 cm 比色皿在 550 nm 的波长处测定,其吸光度应在 0.12~0.15 范围内。该溶液应在 48 h 内使用,用前摇匀。

A.4.2.2.3 浊度标准液的制备

浊度标准液应临用时按表 A.3 制备,使用前充分摇匀。

表 A.3 浊度标准液的配制

级号	0.5	1	2	3	4
浊度标准原液/mL	2.50	5.0	10.0	30.0	50.0
水/mL	97.50	95.0	90.0	70.0	50.0

A.4.2.2.4 测定

称取 1.0 g 试样,置于 10 mL 纳氏比色管中,用 10 mL 新沸过的冷水溶解,溶液应澄清。如显浑浊,与同体积的 2 号浊度标准液比较,不得更浓。

A.5 亚硒酸钠含量(以干基计)的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 碘化钾溶液:称取碘化钾 16.5 g,加水至 100 mL,临用前配制。

A.5.1.2 淀粉指示液:称取可溶性淀粉 0.5 g,加水 5 mL 摇匀后,缓缓倾入 100 mL 沸水,并搅拌,继续煮沸 2 min,冷却,吸取上层清液,临用前配制。

A.5.1.3 盐酸溶液:移取浓盐酸 234 mL,用水定容至 1 000 mL。

A.5.1.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.01$ mol/L。

A.5.2 分析步骤

称取干燥至恒重的试样 2.0 g,精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 容量瓶中,加水振摇溶解并稀释至刻度,摇匀,过滤,用移液管移取 1 mL 滤液至 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。移取该溶液 50 mL 至碘量瓶中,加 3 mL 盐酸溶液和 5 mL 碘化钾溶液,再加 2 mL 淀粉指示液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至蓝色消失。同时做空白试验。

A.5.3 结果计算

亚硒酸钠的含量(以干基计) w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0) \times (c/0.01) \times 0.4324}{m \times (1/100) \times (50/100) \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

V ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.01 ——换算系数;

0.4324 ——1 mL 的硫代硫酸钠标准滴定溶液(0.01 mol/L)相当于 Na_2SeO_3 的毫克数;

m ——试样的质量(以干基计),单位为克(g);

100 ——换算系数;

50 ——换算系数;

1 000 ——换算系数。

A.6 硒含量的测定

硒含量以亚硒酸钠含量(A.5)计算而得。

A.7 碱度的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 0.1%麝香草酚酞指示剂:称取麝香草酚酞 0.1 g,溶解于 100 mL 无水乙醇中。

A.7.1.2 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=1$ mol/L。

A.7.2 分析步骤

称取 2.0 g 试样,精确至 0.000 1 g,用新沸过的冷水溶解并定容至 100 mL,移取试液 50 mL,加入

0.2 mL 麝香草酚酞指示剂,用 1 mol/L 的盐酸标准溶液滴定至溶液由深蓝色变成浅蓝色,至少保持 30 s。

A.7.3 结果计算

试样的碱度 w_2 ,单位为毫摩尔每克(mmol/g),按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{V \times c}{m \times (50/100)} \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

V ——试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样的质量,单位为克(g);

50 ——换算系数;

100 ——换算系数。

A.8 氯化物的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 氯化钠标准溶液:称取氯化钠 0.165 g,用水定容至 1 000 mL(相当于 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 Cl)。

A.8.1.2 硝酸溶液:移取硝酸 105 mL,用水定容至 1 000 mL。

A.8.1.3 硝酸银溶液(0.1 mol/L):称取硝酸银 17.5 g,用水定容至 1 000 mL。

A.8.2 分析步骤

称取 0.5 g 试样,置于 50 mL 纳氏比色管中,用 25 mL 水溶解(溶液若呈碱性,可滴加硝酸溶液使 pH 显中性),加硝酸溶液 10 mL,摇匀。加入硝酸银溶液 1 mL,用水稀释成 50 mL,缓慢摇匀,在暗处放置 5 min。

取 5 mL 氯化钠标准溶液,与试液同时同样处理。

同置黑色背景上,从比色管上方向下观察,比较所产生的浑浊。试样溶液的浑浊不得深于对照溶液。

A.9 硫酸盐的测定

A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 硫酸钾标准溶液:称取硫酸钾 0.181 g,用水定容至 1 000 mL(相当于 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 SO_4)。

A.9.1.2 盐酸溶液:移取盐酸 234 mL,用水定容至 1 000 mL。

A.9.1.3 氯化钡溶液(25%):称取氯化钡 25 g,用水定容至 1 000 mL。

A.9.2 分析步骤

称取 0.5 g 试样,置 50 mL 纳氏比色管中,用 40 mL 水溶解(溶液若呈碱性,可滴加盐酸溶液使 pH 显中性),再加盐酸溶液 2 mL,摇匀。加入氯化钡溶液 5 mL,用水稀释成 50 mL,充分摇匀,放置 10 min。

取 10 mL 硫酸钾标准溶液,与试液同时同样处理。

同置黑色背景上,从比色管上方向下观察,比较所产生的浑浊。试样溶液的浑浊不得深于对照

溶液。

A.10 水不溶物的测定

A.10.1 仪器和设备

A.10.1.1 4号玻璃砂芯坩埚:滤板孔径为5 μm~15 μm。

A.10.1.2 电热恒温干燥箱:温度可控制在105℃±2℃。

A.10.2 分析步骤

称取5.0 g试样,精确至0.000 1 g,置于250 mL烧杯中,加100 mL沸水溶解,盖上表面皿,在沸水浴上保温1 h。取出,冷却至室温,用已于105℃±2℃烘干至质量恒定的玻璃砂芯坩埚过滤,用热水洗至中性后置于电热恒温干燥箱中,在105℃±2℃温度下烘干至质量恒定。

A.10.3 结果计算

水不溶物的含量 w_3 ,按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{(m_2 - m_1)}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_2 ——水不溶物与玻璃砂芯坩埚的质量,单位为克(g);

m_1 ——玻璃砂芯坩埚的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

