



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

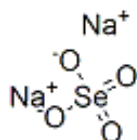
#### 2.1 化学名称

硒酸钠

#### 2.2 分子式

$\text{Na}_2\text{SeO}_4$

#### 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 <sup>a</sup>
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 <sub>4</sub> 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
<sup>a</sup> 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 g/mL)。

A.3.1.2 硫酸 ( $\rho$ 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（ $\text{Na}_2\text{SeO}_3$ ）的质量分数 $w_I$ 计，按公式（A.1）计算：

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

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（ $\text{Na}_2\text{SeO}_4$ ）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  $\mu\text{m}$ -7  $\mu\text{m}$ 。

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<sup>-</sup>。

### 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 SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>。

### 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%。

---