ICS 65.150
B 50
备案号：40151-2014

DB22

吉　林　省　地　方　标　准

DB 22/T 1970—2013

水产品中硒的测定 石墨炉原子吸收光谱法

Determination of selenium in aquatic products -GAAS

本标准仅供内部使用 不得翻印

2013－12－18 发布　　2013－12－31 实施

吉林省质量技术监督局　发布

前　言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 和 GB/T 20001.4-2001 给出的规则起草。

本标准由吉林省水利厅提出并归口。

本标准起草单位：长春市水产品质量安全检测中心。

本标准主要起草人：张伟、张惠峰、李霞、王海、綦天华、李海波、曹永芬。

本标准仅供内部使用 不得翻印
本标准仅供内部使用 不得翻印

水产品中硒的测定 石墨炉原子吸收光谱法

本标准仅供内部使用 不得翻印

1 范围

本标准规定了石墨炉原子吸收光谱法测定水产品中硒的方法。

本标准适用于水产品（鲜活、冷冻）中硒的测定。

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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样经微波消解后，注入原子吸收石墨炉中原子化后，吸收196.0 nm的共振线。在一定浓度范围，其吸收值与硒含量成正比，与标准系列比较定量。

4 试剂

除特殊说明外，所用试剂均为分析纯，试验用水均符合GB/T 6682一级水的要求。

4.1 硝酸：优级纯。

4.2 盐酸：优级纯。

4.3 高氯酸：分析纯。

4.4 过氧化氢（30 %）。

4.5 硒粉：光谱纯 99.999 %。

4.6 硝酸钯

4.7 硝酸镁

4.8 8 mol/L 硝酸溶液：量取 500 mL 硝酸（4.1）置于适量水中，再稀释至 1000 mL。

4.9 0.2 mol/L 硝酸：量取 10 mL 硝酸（4.1）置于适量水中，再稀释至 1000 mL。

4.10 硒标准储备液：精确称取 1g（精确到 0.1 mg）硒粉（4.5）溶于少量硝酸（4.1）中，加 2 mL 高氯酸（4.3），置沸水浴中加热 3 h～4 h，冷却后再加 8.4 mL 盐酸（4.2），再置沸水浴中煮 2 min, 准确稀释至 1000 mL，此储备液浓度每 1 mL 相当于 1000 μg 硒。避光保存于冰箱，保存期 6 个月。

注：也可使用有证标准物质。

4.11 硒标准中间液：取硒标准储备液（4.10）1.00 mL，用 0.2 mol/L 硝酸（4.9）定容至 100 mL。此溶液每 mL 含硒 10 μg。避光保存于冰箱，保存期 2 周。

4.12 硒标准工作液：取硒标准中间液（4.11）2.00 mL。用 0.2 mol/L 硝酸（4.9）定容至 100 mL，此溶液每 L 含硒 200 μg，现用现配。

4.13 基体改进剂：称取 0.1 g 硝酸钯（4.6）和 0.06 g 硝酸镁（4.7），用 0.2 mol/L 硝酸（4.9）定容至 100 mL。

5 仪器和设备

所用玻璃或塑料器皿洗净后均在硝酸溶液（4.8）中浸泡24 h以上，再反复用水洗净、烘干。

5.1 原子吸收光谱仪具石墨炉，装配硒空心阴极灯或无机放电灯。

5.2 微波消解仪。

5.3 天平：感量为 0.1 mg。

5.4 组织捣碎机。

5.5 烘箱。

6 分析步骤

6.1 试样制备

6.1.1 鲜活水产品，取可食肌肉部分均质混匀，备用。

6.1.2 冷冻水产品，自然解冻后取可食肌肉部分均质混匀，备用。

6.2 试样处理

6.2.1 试样消解

称取试样0.2 g～0.5 g（精确至 0.001 g）置于消解管中，可根据试样称量大小加5 mL～8 mL 硝酸（4.1），与1 mL～2 mL 过氧化氢（4.4）。然后按仪器使用操作说明将高压消解罐体系组装完毕，据如下条件消解：

表1 表 1 微波消解参考条件

阶段	功率 W	使用功率	温度℃	坡升时间 min	保持时间 min
1	1600	100%	100	5	3
2	1600	100%	150	5	15
3	1600	100%	180	4	30
注：可根据不同的仪器自行设定消解条件，消解至完全清澈透明即可。					

6.2.2 赶酸、定容

消解完的试样，于 140 ℃～160 ℃赶酸至约 1 mL，冷却至室温。转移试样至 10 mL 容量瓶，加基体改进剂（4.13）2.5 mL，用 0.2 mol/L 硝酸（4.9）定容，混匀后尽快测定。

6.2.3 空白对照试验

除不加试样外，均按样品测定步骤进行。

本标准仅供内部使用 不得翻印

6.3 标准曲线的配制

分别吸取 0.00 mL，0.50 mL，1.00 mL，2.00 mL，3.00 mL，4.00 mL，5.00 mL硒标准工作液（4.8）至10 mL 容量瓶，按照6.2.2操作，制成标准工作曲线。分别相当每升溶液中含有于0.00 μg，10.00 μg，20.00 μg，40.00 μg，60.00 μg，80.00 μg，100.0 μg硒。

6.4 测定

6.4.1 参考表 2 和表 3 的设置仪器的各项参数以及石墨炉升温程序。

表2 原子吸收条件

元素	波长	灯电流/mA	狭缝/nm	进样量/μL	载气	背景校正	测量方式
硒	196.0	8	1.2	20	氩气	BGC-D2	峰高

表3 石墨炉升温程序

阶段	温度/℃	气体流（mL/min）	升温时间/S	保持时间/S
干燥	100～120	250	3	40
干燥	140	250	15	40
灰化	800～1300	250	10	20
原子化	1900～2100	0	0	5
清洗	2500	250	1	3

6.4.2 设定好仪器最佳条件，待仪器稳定后，进行标准系列测量。

6.4.3 进行试样测量，分别测定试样消化液。

6.4.4 用测得的吸光度与相对应的浓度绘制标准曲线，试样测定结果按 7 计算。

7 结果计算

按式（1）计算试样中硒的含量：

$$X=\frac{(c-c_0)\times v\times 1000}{m\times 1000\times 1000} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (1)$$

式中：

X —— 试样中硒的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c —— 试样消化液测定浓度，单位为微克每升（μg/L）；

c_0 —— 试样空白消化液测定浓度，单位为微克每升（μg/L）；

m —— 试样质量，单位为克（g）；

v —— 试样消化液总体积，单位为毫升（mL）。

注1：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。

8 检出限

本标准仅供内部使用 不得翻印

本方法检出限：0.09 mg/kg。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对值不超过算术平均值的10%。

本标准仅供内部使用 不得翻印
本标准仅供内部使用 不得翻印