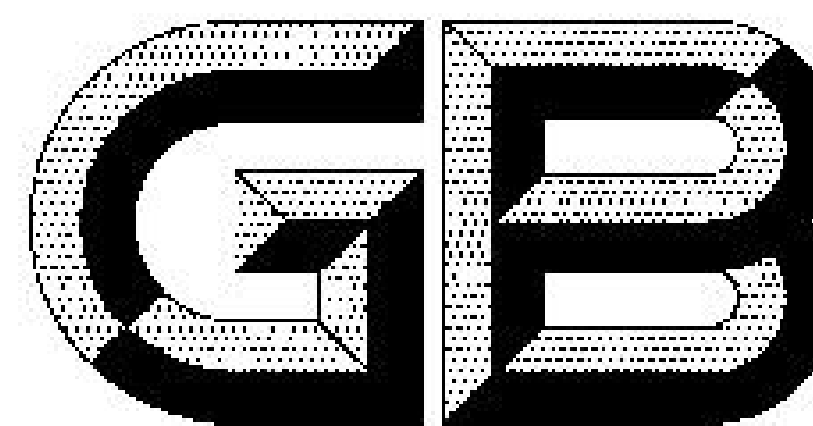




中华人民共和国国家标准

GB/T 13883—2023

代替 GB/T 13883—2008

饲料中硒的测定

Determination of selenium in feeds



2023-08-06 发布

2024-03-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 13883—2008《饲料中硒的测定》，与 GB/T 13883—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了适用范围(见第 1 章,2008 年版的第 1 章)；
- b) 更改了氢化物发生-原子荧光光谱法的定量限(见第 1 章,2008 年版的第 1 章)；
- c) 氢化物发生-原子荧光光谱法、荧光分光光度法试样溶液制备增加了微波消解法(见 4.5.1.2、5.5.1.2)；
- d) 增加了电感耦合等离子体质谱法(见第 6 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本文件起草单位：国粮武汉科学研究设计院有限公司、长沙兴嘉生物工程股份有限公司、山东新希望六和集团有限公司、宜宾学院。

本文件主要起草人：黄昌郡、黄逸强、郭团结、王思思、刘小敏、张凤枰、苏勇豪、杨青、洪双胜、陈梦莹、邵瑞、王永强、钟芳、李勇、秦时聪。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1992 年首次发布为 GB/T 13883—1992,2008 年第一次修订；
- 本次为第二次修订。



饲料中硒的测定

1 范围

本文件描述了饲料中硒测定的氢化物发生-原子荧光光谱法、荧光分光光度法和电感耦合等离子体质谱法。

本文件中氢化物发生-原子荧光光谱法、荧光分光光度法适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料和饲料原料中硒的测定,电感耦合等离子体质谱法适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料(矿物质饲料原料除外)中硒的测定。

当取样量为 1 g、定容体积为 50 mL 时,氢化物发生-原子荧光光谱法、荧光分光光度法的检出限为 0.01 mg/kg、定量限为 0.02 mg/kg;当取样量为 0.5 g、定容体积为 50 mL 时,电感耦合等离子体质谱法的检出限为 0.01 mg/kg、定量限为 0.02 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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
- GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 氢化物发生-原子荧光光谱法(仲裁法)

4.1 原理

试样经酸消化后,在盐酸介质中,试样消化液中的硒还原成四价硒,用硼氢化钾作还原剂,将四价硒在盐酸介质中还原成硒化氢,由载气带入原子化器中进行原子化,在硒空心阴极灯照射下,基态硒原子被激发至高能态,在去活化回到基态时,发射出特征波长的荧光,其荧光强度与硒含量成正比,与标准系列比较定量。

4.2 试剂或材料

警示——各种强酸应小心操作,稀释和取用均在通风橱中进行,使用高氯酸时注意不要烧干,小心爆炸。

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

- 4.2.1 水:GB/T 6682,二级。
- 4.2.2 硝酸:优级纯。
- 4.2.3 高氯酸:优级纯。



- 4.2.4 盐酸:优级纯。
- 4.2.5 氢氧化钠:优级纯。
- 4.2.6 过氧化氢。
- 4.2.7 硼氢化钾:优级纯。
- 4.2.8 混合酸溶液:量取 400 mL 硝酸(4.2.2),与 100 mL 高氯酸(4.2.3)混匀。
- 4.2.9 盐酸溶液 I:量取 100 mL 盐酸(4.2.4),与 100 mL 水混匀。
- 4.2.10 盐酸溶液 II:移取 5 mL 盐酸(4.2.4),与 95 mL 水混匀。
- 4.2.11 氢氧化钠溶液(5 g/L):称取 5 g 氢氧化钠,用水溶解、定容至 1 000 mL,混匀。
- 4.2.12 硼氢化钾溶液(20 g/L):称取 20 g 硼氢化钾,溶于 1 000 mL 氢氧化钠溶液(4.2.11)中,混匀。
- 4.2.13 铁氰化钾溶液(200 g/L):称取 20 g 铁氰化钾,溶于 100 mL 水中,混匀。
- 4.2.14 硒标准储备溶液(100 $\mu\text{g/mL}$):准确称取 100 mg 硒粉(CAS 号:7782-49-2,光谱纯,纯度不低于 99.9%),溶于少量硝酸(4.2.2)中,加 2 mL 高氯酸(4.2.3),置沸水浴中加热 3 h~4 h,冷却后再加 8.4 mL 盐酸(4.2.4),再置沸水浴中加热 2 min,用水移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,于 2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 保存,有效期 3 个月。或购买有证标准物质。
- 4.2.15 硒标准中间溶液 I(1 $\mu\text{g/mL}$):准确移取 1 mL 硒标准储备溶液(4.2.14)于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 盐酸溶液 I(4.2.9),用水定容至刻度,混匀。有效期 1 个月。
- 4.2.16 硒标准中间溶液 II(100 ng/mL):准确移取 10 mL 硒标准中间溶液 I(4.2.15)于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 盐酸溶液 I(4.2.9),用水稀释至刻度,混匀。临用现配。
- 4.2.17 氩气:纯度不低于 99.995%。

4.3 仪器设备

- 4.3.1 原子荧光光度计。
- 4.3.2 分析天平:精度 0.000 1 g。
- 4.3.3 微波消解仪。
- 4.3.4 可调温电炉。
- 4.3.5 可调温电热板。
- 4.3.6 恒温水浴锅。

4.4 样品

按照 GB/T 20195 规定制备试样,至少 200 g,配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料粉碎,使其全部过 0.425 mm 分析筛,添加剂预混合饲料粉碎,使其全部过 0.25 mm 分析筛,混合均匀,装入密闭容器中,备用。

4.5 试验步骤



4.5.1 试样溶液制备

4.5.1.1 湿法消解

平行做两份试验。称取试样 2 g(添加剂预混合饲料 0.5 g),精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 高型烧杯中,加入混合酸溶液(4.2.8)15 mL(添加剂预混合饲料 10 mL)及数粒玻璃珠,盖上表面皿,放置 12 h 以上。置于可调温电热板上逐步加热[加热过程中若发现溶液颜色变深,取下,冷却至室温后补添 5 mL 混合酸溶液(4.2.8),继续加热],当溶液上层有大量白烟产生、剩余溶液体积约 2 mL,取下,冷却至室温。加入 5 mL 盐酸溶液 I(4.2.9),置于可调温电炉上加热至冒烟、剩余体积约 2 mL,取下,冷却至室温,用水转移至 50 mL 容量瓶,加入 8 mL 盐酸(4.2.4)、2 mL 铁氰化钾溶液(4.2.13),用水定容,混匀,

作为试样溶液。同时做空白试验。

4.5.1.2 微波消解

平行做两份试验。称取 0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样于聚四氟乙烯内罐中,加入 8 mL 硝酸(4.2.2),浸泡 10 min,然后加入 2 mL 过氧化氢(4.2.6),静置 2 h 以上,盖好安全阀,安装好保护套,将消解罐放入微波消解仪内,设置微波消解条件(见附录 A),进行样品消解。消解结束后,冷却至室温后打开罐盖排气,用少量水冲洗内盖,洗液并入罐中,放置于可调温电热板上,于 150 ℃继续加热至剩余体积约 2 mL,取下,冷却,加 5 mL 盐酸溶液 I(4.2.9),继续加热至剩余体积约为 2 mL,取下,冷却至室温,将消解液转移至 25 mL 容量瓶,加少许水洗涤消解罐 4 次~6 次,洗液并入容量瓶中,加入 4 mL 盐酸(4.2.4)、1 mL 铁氰化钾溶液(4.2.13),用水定容,混匀,作为试样溶液。同时做空白试验。

4.5.2 标准系列溶液配制

准确移取 0 mL、0.2 mL、0.5 mL、2 mL、5 mL、10 mL、20 mL 硒标准中间溶液 II(4.2.16),分别置于 50 mL 容量瓶中,补水至 30 mL,加入 8 mL 盐酸(4.2.4)、2 mL 铁氰化钾溶液(4.2.13),用水稀释至刻度,混匀,配制成质量浓度为 0 ng/mL、0.4 ng/mL、1 ng/mL、4 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、40 ng/mL 硒标准系列溶液。临用现配。

4.5.3 仪器参考条件

- 仪器参考条件如下:
- a) 负高压:200 V~400 V;
 - b) 硒空心阴极灯电流:15 mA~100 mA;
 - c) 原子化器温度:200 ℃;
 - d) 原子化器高度:8 mm;
 - e) 载气流量:400 mL/min;
 - f) 屏蔽气流量:1 000 mL/min。

4.5.4 测定

调节仪器至最佳工作状态,稳定 15 min~20 min 开始测量。以盐酸溶液 II(4.2.10)为载流,硼氢化钾溶液(4.2.12)为还原剂,用载流液连续进样,待荧光强度稳定后,依次测定标准系列溶液、空白试验溶液和试样溶液的荧光强度,以硒浓度为横坐标、荧光强度为纵坐标绘制标准曲线,标准曲线相关系数 r 不低于 0.99,从标准曲线上查得试样溶液中的硒的浓度。若试样溶液中硒的荧光强度超出曲线线性范围,分取适量试样溶液稀释,并加入适量盐酸(4.2.4)、铁氰化钾溶液(4.2.13),保证稀释后的试样溶液中盐酸和铁氰化钾浓度与标准系列溶液浓度一致,再重新测定。

注:在测定试剂空白溶液和试样溶液前,用盐酸溶液 II(4.2.10)进样清洗,直至荧光值与试剂空白一致时再进样。

4.6 试验数据处理

试样中硒的含量 w_1 以质量分数计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000 \times 1\,000} \times n \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ_1 ——由标准曲线查得试样溶液中硒的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- ρ_0 ——由标准曲线查得空白试验溶液中硒的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V ——试样溶液总体积,单位为毫升(mL);

n ——超出标准曲线线性范围后的稀释倍数；
 m ——试样的质量，单位为克(g)。
测定结果用平行测定的算术平均值表示，计算结果保留到小数点后两位。

4.7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值与该算术平均值的比值应符合表 1 要求。

表 1 允许相对偏差

硒含量/(mg/kg)	相对偏差/%
$w_1 \leq 0.10$	≤ 25
$0.10 < w_1 \leq 0.40$	≤ 20
$w_1 > 0.40$	≤ 12

5 荧光分光光度法

5.1 原理

试样经混合酸消化，在微酸性溶液中硒(Se^{4+})和 2,3-二氨基萘(DAN)生成 4,5-苯基苯并硒二唑，用环己烷萃取生成的络合物。在激发波长为 376 nm、发射波长为 520 nm 条件下测定荧光强度，其荧光强度与硒含量成正比，与标准系列比较定量。

5.2 试剂或材料

警示——各种强酸应小心操作，稀释和取用均在通风橱中进行，使用高氯酸时注意不要烧干，小心爆炸。

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

- 5.2.1 水：GB/T 6682，二级。
- 5.2.2 高氯酸：优级纯。
- 5.2.3 硝酸：优级纯。
- 5.2.4 盐酸：优级纯。
- 5.2.5 过氧化氢。
- 5.2.6 环己烷：优级纯。若在测定波长处有干扰，应重新蒸馏。
- 5.2.7 氨水溶液：将 100 mL 氨水和 100 mL 水混匀。
- 5.2.8 盐酸溶液Ⅲ：量取 250 mL 盐酸(5.2.4)，与 750 mL 水混匀。
- 5.2.9 盐酸溶液Ⅳ：移取 8.4 mL 盐酸(5.2.4)于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释、定容，混匀。
- 5.2.10 盐酸羟胺-乙二胺四乙酸二钠溶液：称取 10 g 乙二胺四乙酸二钠，溶于 500 mL 水中，加入 25 g 盐酸羟胺，搅拌使其溶解，用水稀释至 1 000 mL，混匀。
- 5.2.11 2,3-二氨基萘溶液：称取 0.1 g 2,3-二氨基萘于 250 mL 烧杯中，加入 100 mL 盐酸溶液Ⅳ(5.2.9)使其溶解，移入 250 mL 分液漏斗，加入 20 mL 环己烷(5.2.6)，振摇 1 min，待分层后弃去环己烷，水相重复用环己烷处理 2 次~3 次。水相放入棕色瓶中上面加盖 1 cm 厚的环己烷(5.2.6)，于 2℃~8℃保存，必要时在使用前再以环己烷纯化。
- 5.2.12 甲酚红指示剂(0.4 g/L)：称取 0.04 g 甲酚红于 150 mL 烧杯中，加少许氨水溶液(5.2.7)，使其

溶解,用水稀释至 100 mL,混匀。

5.2.13 硒标准储备溶液(100 $\mu\text{g/mL}$):准确称取 100 mg 硒粉(CAS 号:7782-49-2,光谱纯,纯度不低于 99.9%),溶于少量硝酸(5.2.3)中,加 2 mL 高氯酸(5.2.2),置沸水浴中加热 3 h~4 h,冷却后再加 8.4 mL 盐酸(5.2.4),再置沸水浴中加热 2 min,用水移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,于 2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 保存,有效期 3 个月。或购买有证标准物质。

5.2.14 硒标准中间溶液(1 $\mu\text{g/mL}$):准确移取 1 mL 硒标准储备溶液(5.2.13)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。临用现配。

5.2.15 硒标准工作溶液(0.2 $\mu\text{g/mL}$):准确移取 10 mL 硒标准中间溶液(5.2.14)于 50 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,混匀。临用现配。

5.3 仪器设备

5.3.1 荧光分光光度计。

5.3.2 分析天平:精度 0.000 1 g。

5.3.3 微波消解仪。

5.3.4 可调温电炉。

5.3.5 可调温电热板。

5.3.6 恒温水浴锅。

5.4 样品

同 4.4。

5.5 试验步骤

5.5.1 试样溶液制备

5.5.1.1 湿法消解

平行做两份试验。称取试样 2 g(添加剂预混合饲料称取 1 g),精确至 0.000 1 g,置于 150 mL 高型烧杯中,用水润湿试样,加 15 mL 硝酸(5.2.3),加盖表面皿,置于可调温电热板上缓慢加热煮沸至硝酸体积约为 5 mL 时,取下,稍冷,加入 5 mL 高氯酸(5.2.2),继续加热至高氯酸冒烟,取下,冷却,用水冲洗表面皿和杯壁,再升温加热至高氯酸冒烟,立即取下,冷却至室温,加入 1 mL 水和 1 mL 盐酸溶液Ⅲ(5.2.8),混匀,放置 10 min,用水转移至 50 mL 具塞比色管中(对于硒含量高的试样,先将消解液转移至 100 mL 容量瓶中用水稀释、定容,混匀后分取适量溶液于 50 mL 具塞比色管中),加水至约 30 mL,混匀,备用。同时做空白试验。

5.5.1.2 微波消解

平行做两份试验。称取 0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样于聚四氟乙烯内罐中,加入 8 mL 硝酸(5.2.3),浸泡 10 min,加入 2 mL 过氧化氢(5.2.5),静置 2 h 以上,盖好安全阀,安装好保护套,将消解罐放入微波消解仪内,设置微波消解条件(见附录 A),进行样品消解,消解结束,冷却后打开罐盖排气,用少量水冲洗内盖,洗液并入消解液中,放置可调温电热板上于 150 $^{\circ}\text{C}$ 继续加热至剩余体积约 2 mL,取下,冷却至室温,加入 1 mL 水、1 mL 盐酸溶液Ⅲ(5.2.8),混匀,放置 10 min,将消解液转移至 50 mL 具塞比色管中,加少许水洗涤消解罐 4 次~6 次,洗液并入具塞比色管中(对于硒含量高的试样,先将消解液转移至 100 mL 容量瓶中用水稀释、定容,混匀后分取适量溶液于 50 mL 具塞比色管中),加水至约 30 mL,混匀,备用。同时做空白试验。

5.5.2 提取

于试样消解溶液中加入 2 滴甲酚红指示剂(5.2.12),用氨水溶液(5.2.7)调节至溶液呈黄色,再用盐酸溶液Ⅲ(5.2.8)调节至溶液呈橙色(pH 1.5~2)时,加入 3 mL 盐酸羟胺-乙二胺四乙酸二钠溶液(5.2.10),摇匀,加入 2 mL 2,3-二氨基萘溶液(5.2.11),盖好塞子,摇匀,松开塞子,于沸水中保持 5 min,取出,冷却至室温,用盐酸溶液Ⅳ(5.2.9)稀释至刻度,加 5 mL 环己烷(5.2.6),剧烈振摇 1 min,静置分层后,取上层溶液,作为试样溶液,待测。

5.5.3 标准曲线制备

准确移取 0 mL、0.1 mL、0.5 mL、2 mL、3 mL、4 mL 硒标准工作溶液(5.2.15),分别置于 50 mL 具塞比色管中,相当于硒质量分别为 0 μg、0.02 μg、0.1 μg、0.4 μg、0.6 μg、0.8 μg,加水至约 30 mL,其余步骤按 5.5.2 同步操作。

5.5.4 测定

调节荧光光度计至最佳工作状态,用 1 cm 石英杯,在激发波长为 376 nm、发射波长 520 nm 处,依次测定标准系列溶液、试剂空白溶液和试样溶液中上层环己烷溶液的荧光值,以标准溶液中硒的质量为横坐标、荧光值为纵坐标绘制标准曲线,标准曲线相关系数 r 不低于 0.99,从标准曲线上查得试样溶液中的硒的质量。

5.6 试验数据处理

试样中硒的含量 w_2 以质量分数计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(M - M_0) \times V \times 1\,000}{m \times V_0 \times 1\,000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- M ——从标准曲线上查得的试样溶液中硒的质量,单位为微克(μg);
- M_0 ——从标准曲线上查得的空白试验溶液中硒的质量,单位为微克(μg);
- V ——试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- V_0 ——分取试样溶液体积,单位为毫升(mL)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,计算结果保留到小数点后两位。

5.7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值与该算术平均值的比值应符合表 2 要求。

表 2 允许相对偏差

硒含量/(mg/kg)	相对偏差/%
$w_2 \leq 0.10$	≤ 25
$0.10 < w_2 \leq 0.40$	≤ 20
$w_2 > 0.40$	≤ 12



6 电感耦合等离子体质谱法

6.1 原理

试样经酸消解使硒溶出,在一定酸性条件下,导入电感耦合等离子体质谱仪中测定,硒元素和内标元素质谱信号强度比值与硒元素的浓度成正比,测定⁷⁸Se与内标元素质谱信号强度比值,与标准系列比较定量。

6.2 试剂或材料

警示——各种强酸应小心操作,稀释和取用均在通风橱中进行,使用高氯酸时注意不要烧干,小心爆炸。

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

6.2.1 水:GB/T 6682,一级。

6.2.2 高氯酸:优级纯。

6.2.3 硝酸:优级纯。

6.2.4 盐酸:优级纯。

6.2.5 过氧化氢。

6.2.6 硝酸溶液 I:移取 5 mL 硝酸(6.2.3),加入 95 mL 水中,混匀。

6.2.7 硝酸溶液 II:量取 30 mL 硝酸(6.2.3),加入 70 mL 水中,混匀。

6.2.8 硒标准储备溶液(100 μg/mL):准确称取 100 mg 硒粉(CAS 号:7782-49-2,光谱纯,纯度不低于 99.9%),溶于少量硝酸(6.2.3)中,加 2 mL 高氯酸(6.2.2),置沸水浴中加热 3 h~4 h,冷却后再加 8.4 mL 盐酸(6.2.4),再置沸水浴中加热 2 min,用水移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,于 2℃~8℃保存,有效期 3 个月。或购买有证标准物质。

6.2.9 硒标准中间溶液(1.0 μg/mL):准确移取硒储备溶液(6.2.8)1 mL 于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液 I(6.2.6)稀释至刻度,混匀。临用现配。

6.2.10 铯内标元素储备溶液(100 μg/mL):有证标准物质。

6.2.11 铯内标元素中间溶液(1 μg/mL):准确移取 1 mL 内标元素储备溶液(6.2.10)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液 I(6.2.6)稀释至刻度,混匀。临用现配。

6.2.12 硒标准系列溶液:准确移取 0 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.5 mL、1 mL、2 mL、5 mL 硒标准中间溶液(6.2.9),分别置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液 I(6.2.6)稀释、定容,混匀,配制成质量浓度为 0 ng/mL、1.0 ng/mL、2.0 ng/mL、5.0 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL 硒标准系列溶液。临用现配。

6.2.13 铯内标元素工作溶液(10 ng/mL):准确移取 1 mL 铯内标元素中间溶液(6.2.11)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液 I(6.2.6)稀释、定容,混匀。临用现配。

6.2.14 微孔滤膜:0.45 μm,水系。

6.2.15 高纯氩气:纯度大于 99.995%。

6.2.16 高纯氮气:纯度大于 99.995%。

注:所用容器在使用前用硝酸溶液(6.2.7)浸泡过夜,用水冲洗干净。

6.3 仪器设备

6.3.1 电感耦合等离子体质谱仪。

6.3.2 分析天平:精度 0.000 1 g。

6.3.3 微波消解仪。

6.3.4 可调温电热板。

6.3.5 恒温水浴锅。

6.4 样品

同 4.4。

6.5 试验步骤

6.5.1 试样溶液制备

平行做两份试验。称取试样 0.5 g(精确至 0.000 1 g)于消解罐中,加入 8 mL 硝酸(6.2.3),浸泡 10 min,加入 2 mL 过氧化氢(6.2.5),静置 2 h 以上,旋紧罐盖,盖好安全阀,放入微波消解仪中,根据试样特性设置微波消解条件(见附录 A)进行消解,消解结束后,取出,冷却至室温。置于可调温电热板上,于 150 ℃将酸液赶至体积约 2 mL,取下,冷却至室温。将消解液转移至 50 mL 容量瓶中,加少许水洗涤消解罐 4 次~6 次,洗液并入容量瓶中,用水定容,混匀,微孔滤膜(6.2.14)过滤,滤液备用。同时做空白试验。

6.5.2 仪器参考条件

仪器参考条件如下:

- a) 射频功率(W):1 600;
- b) 射频匹配(V):1.80;
- c) 采样深度(mm):5.0;
- d) 等离子气流量(L/min):14.0;
- e) 辅助气流量(L/min):0.80;
- f) 雾化室温度(℃):2~3;
- g) 蠕动泵转速(r/min):40;
- h) 碰撞气流量 氦气流量(mL/min):5;
- i) 分析质量数:⁷⁸Se。

注:检测模式为碰撞模式,选择氦气。

6.5.3 测定

将仪器调节至最佳工作状态,以铑(¹⁰³Rh)为内标校正,在线加入铑内标元素工作溶液(6.2.13),用硝酸溶液 I(6.2.6)调零,依次测定标准系列溶液、空白试验溶液和试样溶液中硒(⁷⁸Se)与内标铑(¹⁰³Rh)的质谱信号强度之比,以标准系列溶液的硒浓度为横坐标、质谱信号强度之比为纵坐标绘制标准曲线,标准曲线相关系数 r 不低于 0.99。当试样溶液的质谱信号强度之比超出曲线线性范围时,可参照标准系列溶液的酸浓度进行适度稀释后测定。

6.6 试验数据处理

试样中硒的含量 w_3 以质量分数计,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000 \times 1\,000} \times n \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ρ ——由标准曲线查得试样溶液中硒的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

ρ_0 ——由标准曲线查得空白试验溶液中硒的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——试样溶液的总体积,单位为毫升(mL);
 n ——试样溶液超出曲线线性范围后的稀释倍数;
 m ——试样的质量,单位为克(g)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,计算结果保留到小数点后两位。

6.7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值与该算术平均值的比值应符合表 3 要求。

表 3 允许相对偏差

硒含量/(mg/kg)	相对偏差/%
$w_3 \leq 0.10$	≤ 20
$0.10 < w_3 \leq 0.40$	≤ 15
$w_3 > 0.40$	≤ 10



附 录 A
(资料性)
微波消解参考条件

微波消解参考条件见表 A.1。

表 A.1 微波消解参考条件

步骤	温度/℃	升温时间/min	保持时间/min
1	80	5	5
2	110	5	5
3	180	5	25

