

---

ICS 67.040  
C 139

# 团 体 标 准

T/CHC XXX-2019

---

植物源高有机硒食品原料  
(征求意见稿)

2019-xx-xx 发布

2019-xx-xx 实施

---

---

中国保健协会 发布

# 目 录

目 录 .....	错误!未定义书签。
前 言 .....	II
植物源高有机硒食品原料 .....	1
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 要求.....	2
4.1 原料要求.....	2
4.2 产品要求.....	2
4.3 安全指标.....	3
5 检验规则 .....	3
5.1 出厂检验.....	3
5.2 型式检验.....	3
5.3 抽样.....	3
5.4 判定规则.....	4
6 标志 .....	4
附录 A 无机硒占比的测定 .....	5
附录 B 硒形态混合标准标准溶液色图.....	10

---

## 前 言

本标准按 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由中国保健协会提出并归口。

本标准起草单位：。

本标准主要起草人：。

征求意见稿

---

# 植物源高有机硒食品原料

## 1 范围

本标准规定了植物源高有机硒食品原料的术语和定义、要求、检验方法、检验规则、标志。

本标准适用于以可食用且能富集高含量有机硒的植物为载体,利用天然富硒土壤或生物硒营养强化技术,硒元素经植物自然吸收、转化、富集并采用食品生产加工工艺制得的植物源高有机硒含量的食品原料。

## 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 191 包装储运图示标志

GB 2762 食品安全国家标准 食品中污染物限量

GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定

GB 4789.3 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数

GB 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验

GB 4789.10 食品安全国家标准 食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验

GB 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数

GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.93 食品安全国家标准 食品中硒的测定

GB 5749 生活饮用水卫生标准

GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则

WS/T 578.3 中华人民共和国卫生行业标准 中国居民膳食营养素参考摄入量 第3部分:微量元素

## 3 术语和定义

植物源高有机硒食品原料是以具有高有机硒富集能力和高有机硒含量的可食用植物（如十字花科等）为原料，经收割、清洗、干燥、粉碎等食品加工工艺精制而成的具有高有机硒含量，可用于食品工业原料或配料的粉末、块状或颗粒状固体。

#### 4 要求

##### 4.1 原料要求

4.1.1 高有机硒含量的可食用植物：新鲜或冷藏良好，成熟适度，无虫蛀病虫害、无霉变、无腐烂、无受冻等。污染物限量应符合GB 2762的规定。其他指标应符合我国相关法律法规的规定。

4.1.2 生产用水：应符合GB 5749的规定。

##### 4.2 产品要求

###### 4.2.1 感官要求

感官要求应符合表 1 的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标	检验方法
色 泽	具有相应品种应有的色泽	取适量试样置于洁净、干燥的白瓷盘中，在自然光观察其色泽和状态，嗅其气味
滋味与气味	具有该原料应有的滋味和气味	
杂 质	无肉眼可见外来杂质	

###### 4.2.2 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
总硒（以 Se 计），mg/kg	≥ 200	GB 5009.93
无机硒占比，%	≤ 10	参照附录 A
水分，%	≤ 8	GB 5009.3

4.2.3 污染物限量应符合 GB 2762 的规定。

###### 4.2.4 微生物指标

微生物指标应符合表3的规定。

表 3 微生物指标

项 目	指 标	检 验 方 法
菌落总数, CFU/g ≤	3000	GB 4789.2
大肠菌群, CFU/g ≤	10	GB4789.3 平板计数法
霉菌与酵母, CFU/g ≤	100	GB4789.15
沙门氏菌/25g	不得检出	GB4789.4
金黄色葡萄球菌/25g	不得检出	GB4789.10

4.2.5 其他指标, 依据不同要求, 应符合我国相关法律的规定。

#### 4.3 安全指标

4.3.1 植物源高有机硒食品原料产品每批次标签标识应当注明总硒含量和无机硒占比。

4.3.2 根据WS/T 578.3 中华人民共和国卫生行业标准 中国居民膳食营养素参考摄入量 DRIs, 对于本标准原料的终端产品使用及标示的成人每天膳食摄入硒含量应控制为: 硒 60~400 微克/天 (μg/d)。

### 5 检验规则

#### 5.1 出厂检验

5.1.1 产品出厂需经工厂检验部门逐批检验合格, 附产品合格证方能出厂。

5.1.2 出厂检验项目包括感官要求、水分、总硒、菌落总数、大肠菌群、霉菌与酵母、净含量。

#### 5.2 型式检验

5.2.1 正常生产时每半年进行一次型式检验; 有下列情况时也应进行型式检验。

- a) 产品定型时;
- b) 当原料来源发生变化或主要设备更换, 可能影响产品质量时;
- c) 出厂检验的结果与上次型式检验有较大差异时;
- d) 停产6个月以上恢复生产时;
- e) 国家食品安全监督机构提出要求时;

5.2.2 型式检验项目包括技术要求中的全部项目。

#### 5.3 抽样

##### 5.3.1 组批

同一次投料、同一班次生产的同一规格产品为一批次。

---

### 5.3.2 抽样方法和数量

从每批产品中随机抽取生产总量的1‰~2‰，并不得少于3个最小包装单位，所取试样不应少于100g，将抽取试样迅速混合均匀，分别装入两个洁净、干燥的瓶中，瓶上注明生产厂、产品名称、批号、数量及取样日期，一瓶做检验，一瓶密封留存备查。型式检验样品应从出厂检验合格的样品中随机抽取。

### 5.4 判定规则

所检项目全部合格判为合格。若出现2个项目以内的不合格项时，可加倍抽样复验，复验合格则判为该批产品合格；如仍有不合格项目，则判定该批产品为不合格。微生物项目不得复验。

## 6 标志

应符合GB7718的规定，包装标签上应注明：名称、批号、规格、净含量、执行标准、生产日期、保质期、厂名、厂址、贮存条件。包装储运图示标志应符合GB/T 191的规定。

每批次标签标识应当注明总硒含量。

## 附录 A

(规范性附录)

### 无机硒占比的测定

#### A.1 原理

试样中的无机硒经水超声提取后，利用离子交换色谱进行有效分离，分离后的目标经过预处理装置中的紫外消解后，在酸性条件下与硼氢化钠或硼氢化钾反应生成硒化氢，以原子荧光光谱仪进行测定，以色谱保留时间定性，外标法峰面积定量。

#### A.2 试剂

除另有说明外，本方法所用试剂均为优级纯，水为GB/T 6682中规定的一级水。

A.2.1 磷酸氢二铵：分析纯。

A.2.2 碘化钾。

A.2.3 氢氧化钾。

A.2.4 硼氢化钾，分析纯，进口分装。

A.2.5 盐酸。

A.2.6 甲酸。

#### A.3 试剂配制

A.3.1 预消解试剂 0.4% (w/v) 碘化钾+0.5% (w/v) 氢氧化钾混合溶液：称取5.0 g氢氧化钾，溶于300 mL纯水，再加入4.0 g碘化钾，震荡，摇匀，用纯水定容至1000 mL，混匀。

A.3.2 还原剂 2.5% (w/v) 硼氢化钾+0.5% (w/v) 氢氧化钾混合溶液：称取5.0 g氢氧化钾，溶于300 mL纯水，再加入25 g硼氢化钾，摇匀，用纯水定容至1000 mL，混匀。

A.3.3 载流 10% 盐酸溶液：量取100 mL 盐酸，用纯水定容至1000 mL，混匀。

A.3.4 甲酸溶液 10% (v/v) 甲酸溶液：量取9 mL 纯水，缓慢加入1 mL甲酸，混匀。

#### A.3.5 流动相配制

a、流动相A (40 mmol/L磷酸氢二铵溶液，pH=6.0)：称取2.6412g磷酸氢二铵，溶于500 mL纯水中，摇匀，超声10 min，用甲酸溶液 (A3.4) 调节pH至6.0。

b、流动相B (60 mmol/L磷酸氢二铵溶液)：称取3.9618 g磷酸氢二铵，溶于500 mL纯水中，摇匀，超声10 min，备用。



### A.3.6 标准溶液

A.3.6.1 四价硒 ( $K_2SeO_3$ ) 标准溶液: 称取0.1299g  $K_2SeO_3$ , 用2%的盐酸溶解定容至50 mL, 摇匀, 配制成1.0 mg/mL  $K_2SeO_3$ 标准溶液。4℃避光保存。或购买国家有证标准物质, 亚硒酸根溶液标准物质 ( $SeO_3^{2-}$ , GBW 10032)。

A.3.6.2 六价硒 ( $K_2SeO_4$ ) 标准溶液: 称取0.1415g  $K_2SeO_4$ , 用纯水溶解并定容至50 mL容量瓶中, 密封, 振荡均匀, 4℃避光保存。制成1.0 mg/mL  $K_2SeO_4$ 标准溶液。或购买国家有证标准物质, 硒酸根溶液标准物质 ( $SeO_4^{2-}$ , GBW 10033)。

A.3.6.3 有机硒标准物质: 国家有证标准物质硒代胱氨酸溶液标准物质 ( $C_6H_{12}N_2O_4Se_2$ , GBW 10087), 甲基硒代半胱氨酸溶液标准物质 ( $C_4H_9NO_2Se \cdot HCl$ , GBW 1008), 硒代蛋氨酸溶液标准物质 ( $C_5H_{11}NO_2Se$ , GBW 10034), 购于中国计量科学院。

A.3.6.4 硒形态单标准储备液溶液 (10.0  $\mu\text{g/mL}$ , 以Se计): 取一定量的硒形态溶液标准物质 (A.3.6.1、A.3.6.2、A.3.6.3), 用纯水逐渐稀释配制成10.0  $\mu\text{g/mL}$  的单标准储备液, 储存于4℃冰箱中。

A.3.6.5 硒形态混合标准溶液 ( $SeCys_2$ 、 $MeSeCys$ 、 $Se(IV)$ 和 $Se(VI)$ 的浓度均为1.0  $\mu\text{g/mL}$ ,  $SeMet$ 的浓度为2.0  $\mu\text{g/mL}$ ): 分别量取一定量的  $SeCys_2$ 、 $MeSeCys$ 、 $Se(IV)$ 、 $Se(VI)$ 和  $SeMet$  单标准储备液 (A.3.6.4), 用纯水配成硒形态混合标准溶液, 现用现配。

A.3.6.6 无机硒混合标准工作液: 分别量取一定的 $Se(IV)$ 、 $Se(VI)$ 标准储备液 (A.3.6.4), 用纯水稀释配制成1.0  $\mu\text{g/mL}$ 无机硒混合标准工作液, 现用现配。

### A.4 仪器及设备

A.4.1 液相色谱-原子荧光联用仪 (LC-AFS)

A.4.2 真空抽滤装置。

A.4.3 高速离心机。

A.4.4 超声仪。

A.4.5 天平: 感量为0.1mg。

A.4.6 pH计: 精度为0.01。

A.4.7 阴离子交换柱或等效柱。

A.4.8 粉碎机。

### A.5 分析步骤

#### A.5.1 试样制备

称取0.1~0.5 g 粉碎好的样品 (精确到0.001 g), 置于15 mL离心管中, 加入10 mL纯

---

水，涡旋 20 s，室温超声水浴提取 10 min，再涡旋 20 s，静置 20 min 后以 9000 r/min 的转速离心 10 min，取上层清液过 0.22 μm 滤膜，待测。同时做样品空白。

## A.5.2 标准曲线的制作

### A.5.2.1 硒形态混合标准工作溶液

取1.0mL硒形态混合标准溶液（A.3.6.5）用纯水稀释定容至10mL，配制硒形态混合标准工作溶液（其中SeCys<sub>2</sub>、MeSeCys、Se(IV)和Se(VI)的浓度为100 ng/mL，SeMet浓度为200 ng/mL）

### A.5.2.2 无机硒标准曲线

用水逐级稀释标准储备液（A.3.6.6），配制成浓度为30 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL、400 ng/mL、500 ng/mL的无机硒混合标准系列溶液

## A.5.3 测定

可根据不同型号的仪器，调整最佳测试条件，通常本标准采用的仪器条件参考如下：

### A.5.3.1 仪器参考条件

#### A.5.3.1.1 高效液相色谱(HPLC)参考条件：

色谱柱：阴离子交换柱(250mm×4.1mm,10μm)或等效柱。

保护柱：阴离子交换柱 (250mm×2.3mm,12-20μm)或等效柱。

流动相组成：

a) 等度洗脱流动相：40 mmol/L (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> pH=6.0。

b) 梯度洗脱：流动相 A：40 mmol/L (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> pH=6.0；流动相 B：60 mmol/L (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> pH=7.8。（梯度洗脱程序见 A.8 附录 A 表 1）。

紫外消解灯开/关：开。

流速：1.0 mL/min。

进样体积：100 μL。

#### A.5.3.1.2 氢化物发生-原子荧光光谱（HG-AFS）参考条件：

氧化剂：0.4 % KI + 0.5 % KOH；

还原剂：2.5 % KBH<sub>4</sub> + 0.5 % KOH。

载流：10 % HCl。

灯电流(主/辅)：80/40 mA。

负高压：330 V。

泵转速：30 r/min。

载气/屏蔽气流速：600/900 mL/min。

#### A.5.4.2 测定

设定仪器最佳条件，待基线稳定后，测定硒形态混合标准溶液（A.5.2.1），以色谱峰信号响应值为纵坐标，各硒形态的保留时间为横坐标，确定各硒形态的分离度（硒形态标准色谱图见附录B），待分离度、灵敏度符合要求后，测定无机硒的混合标准（A.5.2.2），以保留时间定性。以无机硒混合标准溶液浓度为横坐标，色谱峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，符合要求后，再测定试样，以保留时间定性，外标法定量。计算样品中四价硒和六价硒的含量（以Se计）。

#### A.5.4.3 分析结果的表述

样品中无机硒的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{f \times (C - C_0) \times V}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X—样品中无机硒的含量，mg/kg；

f—稀释倍数；

c—经外标法定量得到的样品溶液中无机硒的浓度，ng/mL；

c<sub>0</sub>—经外标法定量得到的空白溶液中无机硒的浓度，ng/mL；

V—加入提取剂的体积，mL；

m—样品称样量，g；

无机硒含量：四价硒和六价硒的含量之和。计算结果保留三位有效数字。

无机硒占比：样品中无机硒的占比按式（2）计算：

$$\text{无机硒占比} = \frac{\text{无机硒含量}}{\text{总硒含量}} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

#### A.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的20%。

#### A.7 其他

四价硒和六价硒的检出限分别为7.5 ng/mL和15 ng/mL。

#### A.8 流动相梯度洗脱程序见表A.1。

表A.1 流动相梯度洗脱程序

组成	时间/min					
	0	4	6	11	13	15
流动相A/%	100	100	0	0	100	100
流动相B/%	0	0	100	100	0	0

征求意见稿

## 附录B

(资料性附录)

### 硒形态混合标准溶液色谱图

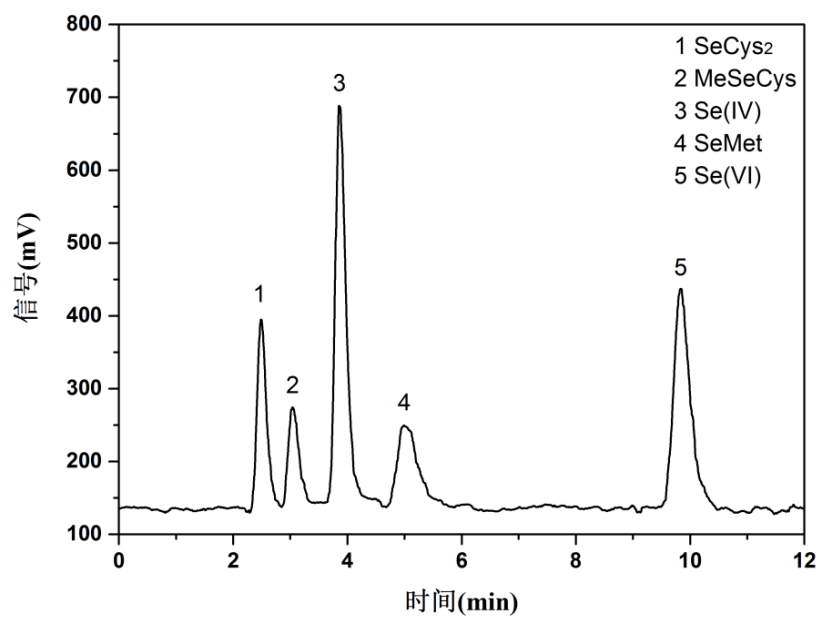


图 B.1 硒形态混合标准溶液色谱图 (LC-AFS法)

标准溶液: SeCys<sub>2</sub>、MeSeCys、Se(IV)、Se(VI)浓度为 100 ng/ml, SeMet 浓度为 200 ng/ml

---

征求意见稿

---

---

ICS 67.040

C139

**关键词：**植物源、高有机硒、原料、检测方法

---

---