

ICS 67 050

C1499

T/GXDSL

团体标准

T/GXDSL 124—2025

加工过程硒损失率测定方法

Method for the Determination of Selenium Loss Rate During Processing

2025 - 12 - 12 发布

2026 - 3 - 12 实施

广西电子商务企业联合会 发布

目 次

前 言	II
一、引言	1
二、范围	1
三、规范性引用文件	1
四、术语和定义	2
五、方法原理	5
六、仪器设备与试剂	5
七、样品制备与处理	5
八、测定步骤与条件	6
九、结果计算与表示	6
十、质量控制	6
十一、附则	7

前 言

本文件依据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。

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。

本文件由广西产学研科学研究院提出。

本文件由广西电子商务企业联合会归口。

本文件起草单位：遇龙宝(广西)科技有限公司，广西壮族自治区农业科学院，广西大学，广西农业职业技术大学，百色市粮油质量检验中心，广西民族大学，广西财经学院，广西衍知智能科技有限公司，南宁皓惟科技有限公司，广西潇炯农业科技有限公司，广西禾之桂农业科技有限公司。

本文件主要起草人：叶华林，黄熙宇，包奇，严华兵，段程芬，谢品，薛永平，周卫，祝凡，黄子铭，黄位柱，张容锋，马仟思。

本文件为首次发布。

加工过程硒损失率测定方法

一、引言

本标准基于广西产学研科学研究院在富硒食品加工领域 10 年的研究成果和实践经验制定，旨在规范加工过程中硒损失率的测定方法，为富硒食品加工工艺优化提供技术依据。本标准规定了加工过程硒损失率测定的术语定义、方法原理、仪器设备、样品制备、测定步骤、结果计算、质量控制等内容，适用于各类富硒农产品在加工过程中硒损失率的测定。

二、范围

本部分规定了加工过程硒损失率测定的术语定义、方法原理、仪器设备、样品制备、测定步骤、结果计算、质量控制等技术要求。适用于粮食、果蔬、畜禽产品等富硒农产品在加工过程中硒损失率的测定，包括热加工、机械加工、贮藏加工等不同加工方式。根据 2024 年全国富硒食品加工数据统计，执行本标准的硒损失率测定结果相对标准偏差 $\leq 8\%$ ，加标回收率 85%–105%，方法重复性 $\leq 5\%$ ，再现性 $\leq 10\%$ 。本部分要求采用同位素稀释-电感耦合等离子体质谱法（ID-ICP-MS）作为基准方法，准确测定原料、中间产品和最终产品中的总硒含量和硒形态分布，从而精确计算各加工环节的硒损失率。质量控制要求包括方法空白、过程空白、加标回收、平行样测定等，确保测定结果的准确性和可靠性。所有测定数据保存期限不少于 5 年，实现全过程可追溯。

三、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 5009.93-2023 食品安全国家标准 食品中硒的测定

GB/T 27404-2023 实验室质量控制规范 食品理化检测

GB/T 27417-2023 合格评定 化学分析方法确认和验证指南

JJG 1151-2018 液相色谱-电感耦合等离子体质谱联用仪检定规程

NY/T 3803-2023 农产品加工过程中营养成分变化测定指南

ISO 17294-2:2016 水质-电感耦合等离子体质谱法应用

US EPA Method 6020B 电感耦合等离子体质谱法

四、术语和定义

(一) 加工过程硒损失率

富硒农产品在加工过程中，由于热、光、氧、水、机械作用等因素导致的硒含量减少的百分比。其计算公式为：硒损失率(%) = (原料硒含量 - 产品硒含量) / 原料硒含量 × 100%。其中原料硒含量指加工前物料的总硒含量 (mg/kg)，产品硒含量指加工后产品的总硒含量 (mg/kg)。根据加工方式的不同，硒损失率可分为热加工损失率（如蒸煮、烘烤、杀菌等）、机械加工损失率（如粉碎、压榨、分离等）和贮藏损失率（如常温贮藏、冷藏、冻藏等）。要求测定结果的相对标准偏差 (RSD) ≤ 8%，加标回收率在 85% - 105% 之间。

(二) 同位素稀释-电感耦合等离子体质谱法 (ID-ICP-MS)

采用富集同位素 ^{77}Se 作为示踪剂，通过电感耦合等离子体质谱仪精确测定硒含量变化的分析方法。方法性能要求：检出限 ≤ 0.0005 mg/kg，定量限 ≤ 0.0015 mg/kg，线性范围 0.001 - 1.000 mg/L，相关系数 $r \geq 0.999$ 。仪器参数要求：射频功率 1550 W，等离子气流 15.0 L/min，辅助气流 0.8 L/min，雾化气流 0.95 L/min。监测同位素为 ^{77}Se 、 ^{78}Se 、 ^{82}Se ，采用 ^{72}Ge 或 ^{115}In 作为内标元素。方法准确度要求加标回收率 85% - 105%，精密度要求 $\text{RSD} \leq 8\%$ 。

(三) 加工过程模拟

在实验室条件下模拟实际加工工艺的过程。要求模拟参数与实际生产工艺一致：温度控制精度 ± 1℃，时间控制精度 ± 1 min，压力控制精度 ± 0.01 MPa，湿度控制精度 ± 2%。热加工模拟包括常压加热 (100℃)、

高压加热(121℃)、微波加热等不同方式;机械加工模拟包括粉碎(粒度 80 目)、压榨(压力 0.5-1.0MPa)、均质(转速 10000-20000rpm)等操作;贮藏模拟包括常温(25℃)、冷藏(4℃)、冻藏(-18℃)等条件。每种加工条件的模拟时间不少于 3 个重复。

(四) 硒形态分布

样品中不同化学形态硒的相对含量比例。主要包括无机硒(硒酸盐、亚硒酸盐)和有机硒(硒代蛋氨酸、硒代胱氨酸、硒甲基硒代半胱氨酸等)。测定方法采用高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱联用技术(HPLC-ICP-MS),色谱分离度 ≥ 1.5 ,峰对称因子 0.8-1.2。要求有机硒占比 $\geq 80\%$,其中硒代蛋氨酸占总有机硒的 60%以上,硒代胱氨酸不超过 25%,其他有机硒形态占比 15%以下。硒形态稳定性要求在加工过程中有机硒转化率 $< 5\%$ 。

(五) 样品制备要求

为保证测定结果代表性而对样品处理过程提出的技术要求。原料样品取样量不少于 500g,中间产品取样量不少于 300g,最终产品取样量不少于 200g。样品制备包括清洗、去杂、粉碎、混匀等步骤,粉碎粒度要求过 80 目筛,混合均匀度变异系数 $\leq 5\%$ 。样品保存条件为-20℃冷冻保存,保存期不超过 30 天。样品前处理采用微波消解法:称取 0.5000g 样品,加入 5mL 硝酸和 2mL 过氧化氢,微波消解程序为 80℃保持 5min、120℃保持 10min、180℃保持 20min。消解液用超纯水定容至 25mL。

(六) 质量控制指标

为保证测定结果准确可靠而设置的质量控制参数。包括方法空白值(要求低于检出限)、加标回收率(85%-105%)、平行样相对偏差($\leq 10\%$)、有证标准物质测定值(在认定值的不确定度范围内)。质控频率要求:每批样品同时分析方法空白和过程空白,每 20 个样品做一个加标回收样,每 10 个样品做一个平行样。仪器校准要求:每日进行质量校准和分辨率检查,每周进行灵敏度调试,每月进行全面的性能验证。数据审核要求三级审核制度。

(七) 不确定度评定

对硒损失率测定结果可靠程度的定量评价。评定依据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》。不确定度来源包括：样品称量（ $\pm 0.0002\text{g}$ ）、标准品配制（ $\pm 1\%$ ）、提取效率（ $\pm 5\%$ ）、仪器测量（ $\pm 3\%$ ）、数据处理（ $\pm 2\%$ ）等。采用 bottom-up 方法合成各分量，扩展不确定度（ $k=2$ ）要求 $\leq 15\%$ 。定期进行实验室间比对，结果 En 值 ≤ 1 。建立不确定度评估报告，随分析结果一同出具。

（八）方法验证要求

对测定方法进行系统性验证的技术要求。验证内容包括：特异性（与非目标物的交叉反应率 $< 5\%$ ）、灵敏度（检出限 $\leq 0.0005\text{mg/kg}$ ，定量限 $\leq 0.0015\text{mg/kg}$ ）、准确度（加标回收率 85%-105%）、精密度（重复性 $RSD \leq 5\%$ ，再现性 $RSD \leq 8\%$ ）、线性范围（ $0.001-1.000\text{mg/L}$ ， $r \geq 0.999$ ）。验证样品要求包括空白样品、阴性样品、阳性样品、加标样品，样品数量不少于 20 个。验证数据要求进行统计分析，并形成完整的验证报告。

（九）数据管理规范

对测定数据进行全过程管理的要求。数据采集要求采用实验室信息管理系统（LIMS），实时记录原始数据。数据存储要求：原始数据、谱图、计算过程等保存期限不少于 5 年，备份数据不少于 2 份。数据审核要求三级审核：检测人员自审、审核人员复核、批准人最终审核。数据报告要求包括：样品信息、检测方法、仪器条件、测定结果、不确定度、质量控制数据等。数据追溯要求能够追溯到样品、仪器、试剂、操作人员等信息。

（十）加工适应性评价

根据硒损失率测定结果对加工工艺进行评价的过程。评价指标包括：总硒损失率（要求 $\leq 20\%$ ）、有机硒保留率（要求 $\geq 80\%$ ）、硒形态稳定性（有机硒转化率 $< 5\%$ ）。根据评价结果将加工工艺分为三个等级：优（硒损失率 $\leq 10\%$ ）、良（硒损失率 10%-20%）、差（硒损失率 $> 20\%$ ）。建立加工工艺优化建议，包括改进加工参数、添加保护剂、优化工艺流程等措施。

五、方法原理

本方法采用同位素稀释-电感耦合等离子体质谱法（ID-ICP-MS）测定加工过程中的硒损失率。方法原理为：在样品加工前添加已知量的富集同位素 ^{77}Se 作为示踪剂，通过监测 $^{77}\text{Se}/^{82}\text{Se}$ 比值的变化，精确计算各加工环节的硒损失率。样品经过微波消解或湿法消解后，采用阴离子交换色谱柱分离不同硒形态，利用 ICP-MS 检测各形态的硒含量。重点监测的硒同位素为 ^{77}Se 、 ^{78}Se 、 ^{82}Se ，采用内标法进行定量校正，内标元素选用 ^{72}Ge 或 ^{115}In 。加工过程模拟采用与实际生产工艺相同的参数：热加工温度控制精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ ，时间控制精度 $\pm 1\text{min}$ ，压力控制精度 $\pm 0.01\text{MPa}$ ；机械加工参数与生产设备一致；贮藏条件温度控制精度 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ ，湿度控制精度 $\pm 2\%$ 。通过比较原料、中间产品和最终产品中的硒含量和硒形态分布，计算各加工环节的硒损失率，并分析硒损失的主要途径和机理。

六、仪器设备与试剂

主要仪器设备包括：电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS），要求灵敏度 $\geq 5000\text{cps/ppb}$ （ ^{115}In ），氧化物产率 $< 1.5\%$ ，双电荷产率 $< 3.0\%$ ；高效液相色谱系统，二元梯度泵，自动进样器，柱温箱；微波消解系统，控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ ，压力控制精度 $\pm 0.1\text{MPa}$ ；超纯水系统，产水电阻率 $\geq 18.2\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ ；分析天平，感量 0.0001g ；粉碎设备，粉碎粒度可达80目以上；恒温恒湿箱，温度控制精度 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ ，湿度控制精度 $\pm 2\%$ 。试剂要求：同位素示踪剂 ^{77}Se ，丰度 $\geq 99.5\%$ ；硒形态标准品，包括亚硒酸钠、硒酸钠、硒代蛋氨酸、硒代胱氨酸等，纯度 $\geq 98.0\%$ ；硝酸、过氧化氢为优级纯；实验用水为超纯水，电阻率 $\geq 18.2\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ ；色谱流动相为色谱纯试剂；所有试剂储存于 4°C 避光保存，有效期30天。

七、样品制备与处理

样品采集要求代表性强，原料样品取样量不少于500g，中间产品取样量不少于300g，最终产品取样量不少于200g。样品制备包括：清洗、去杂、粉碎、混匀等步骤。粉碎粒度要求过80目筛，混合均匀度变异系数 $\leq 5\%$ 。样品保存条件： -20°C 冷冻保存，保存期不超过30天。样品前处理采用微波消解法：准确称取 0.5000g 样品于消解罐中，加入 5mL 硝酸和 2mL 过氧化氢，放置过夜。次日放入微波消解仪中，按升温程序进行消解：第一阶段 80°C 保持 5min ，第二阶段 120°C 保持 10min ，第三阶段 180°C 保持 20min 。消解结束后冷却至室温，用超纯水转移至 25mL 容量瓶中，定容至刻度，混匀备用。同时制备方法空白

和加标回收样品。对于硒形态分析,采用酶解提取法:称取 1.000g 样品,加入 10mL 酶解缓冲液(50mmol/L Tris-HCl, pH=7.5),加入 50mg 蛋白酶 XIV, 37℃ 水浴振荡提取 16 小时, 10000rpm 离心 10 分钟, 上清液经 0.22 μm 滤膜过滤后待测。

八、测定步骤与条件

仪器分析采用 HPLC-ICP-MS 联用技术。色谱条件:阴离子交换柱(250mm×4.6mm, 5 μm), 柱温 30℃, 流速 1.0mL/min, 进样量 10 μL。流动相 A: 5mmol/L 柠檬酸铵缓冲液(pH=5.0); 流动相 B: 50mmol/L 柠檬酸铵缓冲液(pH=5.0)。梯度洗脱程序: 0-5min 100% A, 5-15min 线性变化至 100% B, 15-25min 保持 100% B, 25-26min 线性变化至 100% A, 26-30min 平衡。ICP-MS 条件: 射频功率 1550W, 等离子气流 15.0L/min, 辅助气流 0.8L/min, 雾化气流 0.95L/min, 采样深度 8.0mm。监测同位素: ^{77}Se 、 ^{78}Se 、 ^{82}Se , 内标 ^{72}Ge 或 ^{115}In 。采集模式: 跳峰, 驻留时间 100ms。每批样品分析前进行仪器优化, 确保灵敏度 $\geq 5000\text{cps/ppb}$ (^{115}In), 氧化物产率 $< 1.5\%$, 双电荷产率 $< 3.0\%$ 。先运行标准曲线, 然后分析样品, 每 10 个样品插入一个质控样。数据处理采用同位素稀释法计算硒含量, 通过比较原料和产品中的硒含量计算硒损失率。

九、结果计算与表示

硒损失率计算公式: 硒损失率 (%) = $(C_1 \times M_1 - C_2 \times M_2) / (C_1 \times M_1) \times 100\%$, 其中 C_1 为原料硒含量 (mg/kg), M_1 为原料质量 (kg), C_2 为产品硒含量 (mg/kg), M_2 为产品质量 (kg)。对于多个加工环节, 总硒损失率计算公式: 总硒损失率 (%) = $[1 - (1 - L_1)(1 - L_2) \dots (1 - L_n)] \times 100\%$, 其中 L_1 、 L_2 ... L_n 为各环节的硒损失率。结果表示要求: 硒含量以 mg/kg 表示, 保留三位有效数字; 硒损失率以百分比表示, 保留一位小数; 同时报告标准偏差和相对标准偏差。数据处理要求使用专业软件进行计算, 确保计算过程准确无误。结果报告包括: 样品信息、检测日期、检测方法、仪器条件、测定结果、质量控制数据等。所有原始数据、谱图、计算过程等保存期限不少于 5 年。

十、质量控制

质量控制要求包括实验室环境控制、仪器校准、方法验证、过程控制等。实验室环境要求温度 23

±2℃，相对湿度 50%±10%，洁净度万级，硒本底值低于检出限。仪器校准：每日进行质量校准和分辨率检查，每周进行灵敏度调试，每月进行全面的性能验证。方法验证：包括线性范围(0.001-1.000mg/L)、检出限(≤0.0005mg/kg)、定量限(≤0.0015mg/kg)、准确度(加标回收率 85%-105%)、精密度(RSD ≤8%)等。过程控制：每批样品同时分析方法空白、过程空白、加标回收样、平行样和有证标准物质。方法空白值应低于检出限；加标回收率 85%-105%；平行样相对偏差≤10%；有证标准物质测定值在认定值的不确定度范围内。数据审核：建立三级审核制度，所有数据经过检测人员自审、审核人员复核、批准人最终审核。参加能力验证：每年至少参加一次实验室间比对，结果 En 值≤1。

十一、附则

本标准自 2026 年 3 月 12 日起实施，由广西电子商务企业联合会负责解释。本标准将根据技术发展和生产实践定期修订，一般每 12 个月进行一次评审。本标准的版权归广西电子商务企业联合会所有，未经授权不得用于商业目的。本标准与国家标准或行业标准冲突时，以国家标准或行业标准为准。最后需要说明的是，本标准的所有技术参数和要求都是基于当前硒损失率测定技术发展水平和实践数据制定的，随着技术进步和研究深入，研究院将及时对标准内容进行更新和完善，以保持标准的先进性和适用性。
