



中华人民共和国国家标准

GB/T 13883—202×
代替 GB/T 13883—2008

饲料中硒的测定

Determination of selenium in feeds

(征求意见稿)

202×-××-××发布

202×-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

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、荧光分光光度法中增加了微波消解法（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/TC76）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[国家饲料质量检验检测中心（武汉）]、长沙兴嘉生物科技股份有限公司、山东新希望六和集团有限公司。

本文件主要起草人：

本文件所代替文件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中硒的测定。

当取样量为 1g、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，试样消化液中的六价硒还原成四价硒，用硼氢化钠作还原剂，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 硒粉（CAS 号：7782-49-2 光谱纯，纯度 \geq 99.9）。
- 4.2.8 硼氢化钾：优级纯。
- 4.2.9 铁氰化钾。
- 4.2.10 混合酸溶液：将 400 mL 硝酸和 100 mL 高氯酸混匀。
- 4.2.11 盐酸溶液 I：将 100 mL 盐酸（4.2.4）和 100 mL 水混匀。
- 4.2.12 盐酸溶液 II：将 5 mL 盐酸（4.2.4）和 95 mL 水混匀。
- 4.2.13 氢氧化钠溶液（5 g/L）：称取 5 g 氢氧化钠，溶于水中，然后用水定容至 1000 mL，混匀。
- 4.2.14 硼氢化钾溶液（5 g/L）：称取 5 g 硼氢化钾（4.2.8），溶于氢氧化钠溶液（4.2.13）中，然后用水定容至 1000 mL，混匀。
- 4.2.15 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。
- 4.2.16 硒标准储备溶液（100 μ g/mL）：准确称取 100.0 mg 硒粉，溶于少量硝酸中，加 2 mL 高氯酸，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 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，常温保存，有效期 3 个月。或购买有证标准溶液。
- 4.2.17 硒标准中间溶液（0.4 μ g/mL）：准确量取 1.00 mL 硒标准储备溶液（4.2.16）于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。临用现配。
- 4.2.18 硒标准系列溶液：分别准确移取 0.0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 硒标准中间溶液（4.2.17）于 100 mL 容量瓶中，加入 20 mL 水，16 mL 盐酸（4.2.4），4 mL 铁氰化钾溶液，用水稀释至刻度，混匀。此硒标准系列溶液的质量浓度分别为 0 ng/mL、0.4 ng/mL、2.0 ng/mL、4.0 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL 和 40 ng/mL，临用现配。
- 4.2.19 氙气：纯度 \geq 99.995%。

4.3 仪器设备

- 4.3.1 原子荧光光谱仪。
- 4.3.2 分析天平：感量 0.000 1 g
- 4.3.3 微波消解仪。
- 4.3.4 可调温电热板。
- 4.3.5 恒温水浴锅。

4.4 样品

按照 GB/T 20195 规定制备试样，至少 200 g，粉碎使其全部过 0.425 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。准确称取 0.5 g~2 g (精确至 0.000 1 g) 试样 (添加剂预混合饲料称取 0.5 g 试样), 置于 100 mL 高型烧杯中, 加入 15 mL 混合酸溶液 (添加剂预混合饲料加入 10 mL 混合酸溶液) 及数粒玻璃珠, 盖上表面皿, 放置 12 h 以上, 置于电热板上加热, 当溶液上层有大量白烟产生, 剩余溶液体积约在 2 mL 左右时, 停止加热, 冷却至室温。加热过程中若发现溶液颜色变深, 及时移走, 冷却至室温后补添 5 mL 混合酸溶液, 继续加热至溶液上层有白烟产生。再加 5 mL 盐酸溶液 (4.2.11), 加热至高氯酸冒烟, 切不可蒸干, 冷却, 转移至 50 mL 容量瓶, 然后加入 8 mL 盐酸 (4.2.4)、2 mL 铁氰化钾溶液, 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 (不适用于添加剂预混合饲料和矿物质饲料原料)

平行做两份试验。准确称取 0.2 g~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, 浸泡 10 min, 然后加入 2 mL 过氧化氢, 反应 10 min, 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 (附录 A) 进行消解。消解结束后, 缓慢打开罐盖排气, 用少量水冲洗内盖, 放置于可调温电热板上, 于 150 °C 继续加热至剩余体积 2 mL 左右, 取下, 冷却至室温, 加 5 mL 盐酸溶液 (4.2.11), 继续加热, 剩余体积约为 2 mL 左右时, 取下, 冷却至室温, 转移至 25 mL 容量瓶中, 然后加入 4 mL 盐酸 (4.2.4)、1 mL 铁氰化钾溶液, 用水定容, 混匀, 作为试样溶液。同时做空白试验。

4.5.2 仪器参考条件

- 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 °C。
- d) 原子化器高度: 8 mm。
- e) 载气流量: 400 mL/min。
- f) 屏蔽气流量: 1000 mL/min。

4.5.3 测定

设定好仪器最佳条件, 待炉温升至设定温度后, 稳定 15 min~20 min 开始测量。以盐酸溶液 (4.2.12) 为载流, 硼氢化钾溶液为还原剂, 连续用载流进样, 待读数稳定之后, 首先进行标准系列溶液测定, 再测定试剂空白, 在测量不同的试样前用盐酸溶液 (4.2.12) 清洗进样器, 测其荧光强度, 绘制出标准曲线或求出回归方程各参数。标准曲线相关系数 $r \geq 0.99$, 从标准曲线上查得试样溶液中的硒的浓度, 当试样溶液的响应值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。

4.6 试验数据处理

试样中硒含量 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:

$$w_I = \frac{(\rho_I - \rho_0) \times V_I \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \times n \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ_I ——试样溶液中硒的浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

ρ_0 ——试剂空白溶液中硒的浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V_I ——试样溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

n ——稀释倍数；

m ——试样质量，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 / (%) |
|------------------------|------------|
| $w_1 \leq 0.20$ | ≤ 25 |
| $0.20 < w_1 \leq 0.40$ | ≤ 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：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：将 250 mL 盐酸（5.2.4）和 750 mL 水混匀。
- 5.2.9 盐酸溶液Ⅳ：量取 8.4 mL 盐酸（5.2.4）缓慢加入 50 mL 水中，用水定容至 1 000 mL，混匀。
- 5.2.10 盐酸溶液Ⅴ：将 100 mL 盐酸（5.2.4）和 100 mL 水混匀。
- 5.2.11 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 盐酸羟胺使其溶解，用水稀释至 1 L，混匀。
- 5.2.12 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（5.2.9）使其溶解，移入 250 mL 分液漏斗，加入 20 mL 环己烷，振荡 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，于 2℃~8℃ 保存，必要时在使用前再以环己烷纯化。
- 5.2.13 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，使其溶解，用水稀释至 100 mL，混匀。
- 5.2.14 硒标准储备溶液（100 μg/mL）：准确称取 100.0 mg 硒粉（CAS 号：7782-49-2，光谱纯，纯度≥99.9），溶于少量硝酸中，加 2 mL 高氯酸，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，常温保存，有效期 3 个月。或购买有证标准物质。
- 5.2.15 硒标准中间溶液（1 μg/mL）：准确量取 1.00 mL 硒标准储备溶液（5.2.14）于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。临用现配。
- 5.2.16 硒标准工作溶液（0.2 μg/mL）：准确量取 10.0 mL 硒标准中间溶液（5.2.15）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：感量 0.000 1 g
- 5.3.3 微波消解仪。
- 5.3.4 可调温电热板。
- 5.3.5 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

5.5.1.1.1 配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料

平行做两份试验。准确称取 0.5 g~2 g（精确至 0.000 1 g）试样，置入 100 mL 高型烧杯中，用水润湿试样，加 10 mL 硝酸，加盖表面皿，放在电热板上低温加热，煮沸至硝酸体积减少至 5 mL 时，取下稍冷，加入 5 mL 高氯酸，继续加热至高氯酸冒烟，取下稍冷，

用水冲洗表面皿和杯壁，放在电热板上加热，升温至高氯酸冒烟，保持 5 min~10 min，取下冷却，加入 1 mL 水和 1 mL 盐酸溶液（5.2.8），摇匀，放置 10 min，用水移入 50 mL 具塞比色管中[对于硒含量高的样品，将消化液稀释至 100 mL 容量瓶，量取部分溶液于 50 mL 具塞比色管中]，稀释至约 30 mL，加 2 滴甲酚红指示剂，用氨水溶液中和至黄色，用盐酸（5.2.4）中和至橙色（pH 1.5~2），加入 3 mL 盐酸羟胺-乙二胺四乙酸二钠溶液摇匀，加 2 mL 2,3-二氨基萘溶液，盖好塞子，摇匀，打开塞子，置于沸水中保持 5 min，取出，冷却至室温，用盐酸溶液（5.2.9）稀至刻度，加 5 mL 环己烷振荡 1 min，静置分层后，作为试样溶液，备用。同时做空白试验。

5.5.1.1.2 添加剂预混合饲料

平行做两份试验。准确称取 0.5 g（精确至 0.000 1 g）试样，置入 100 mL 高型烧杯中，加入 10 mL 水和 15 mL 硝酸，盖上表面皿，放在电热板上低温煮沸 30 min，取下冷却，用水移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀，量取部分上清液于 100 mL 高型烧杯中，加入 5 mL 高氯酸，以下按 5.5.1.1.1 “加入 5 mL 高氯酸”后的分析步骤进行。

5.5.1.2 微波消解（不适用于添加剂预混合饲料和矿物质饲料原料）

平行做两份试验。准确称取 0.2 g~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，浸泡 10 min，然后加入 2 mL 过氧化氢，反应 10 min，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（附录 A），进行样品消解，消解结束后，缓慢打开罐盖排气，用少量水冲洗内盖，放置于可调温电热板上 150 ℃继续加热至剩余体积 2 mL 左右，取下冷却至室温，加 5 mL 盐酸溶液（5.2.10），继续加热，剩余体积约为 2 mL 左右时，取下冷却，以下按 5.5.1.1.1 “加入 1 mL 水和 1 mL 盐酸（5.2.8）”后的分析步骤进行。

5.5.2 标准曲线的制备

分别准确吸取 0.0 mL、0.10 mL、0.50 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 硒标准工作溶液（5.2.16）于 50 mL 具塞比色管中，以下按 5.5.1.1.1 “加入 2 滴甲酚红指示剂（5.2.13）”后的分析步骤进行。

5.5.3 测定

将标准系列溶液、试剂空白溶液和试样溶液的上层环己烷溶液吸入 1 cm 石英杯中，用荧光光度计在激发波长为 376 nm、发射波长 520 nm 处分别测定其荧光强度，绘制标准曲线，标准曲线相关系数 $r \geq 0.99$ ，从标准曲线上查得试样溶液中的硒的质量，平行做两份试验。

5.6 试验数据处理

试样中硒含量 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：

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times V_2 \times 1000}{m \times V_3 \times 1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——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试剂空白中硒的质量，单位为微克（ μg ）；

V_2 ——试样溶液的总体积，单位为毫升（mL）；
 m ——试样的质量，单位为克（g）；
 V_3 ——分取试样溶液的体积，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 / (%) |
|------------------------|------------|
| $w_2 \leq 0.10$ | ≤ 40 |
| $0.10 < w_2 \leq 0.40$ | ≤ 20 |
| $w_2 > 0.40$ | ≤ 15 |

6 电感耦合等离子体质谱法

6.1 原理

试样经微波消解使硒溶出，在一定酸性条件下，导入电感耦合等离子体质谱仪中，硒元素和内标元素质谱信号的强度比值与硒元素的浓度成正比，测定 ^{78}Se 的信号强度与内标元素强度比值，并与标准系列进行比较定量。

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：取 5 mL 硝酸（6.2.3）加入 95 mL 水中，混匀；

6.2.7 硝酸溶液 II：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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）：准确称取 100.0 mg 硒粉（CAS 号：7782-49-2，光谱纯，纯度 ≥ 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，常温保存，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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）：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（6.2.6）稀释至刻度，混匀。临用现配。

6.2.10 内标元素储备溶液（100 μg/mL）：铍内标储备溶液。

6.2.11 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（6.2.6）稀释至刻度，混匀。临用现配。

6.2.12 硒标准系列溶液：分别准确移取 0.0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL 硒标准中间溶液（6.2.9）于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（6.2.6）稀释、定容，混匀，配制成浓度分别为 0 ng/mL、1 ng/mL、2 ng/mL、5 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 内标元素工作溶液（10 ng/mL）：准确移取 1 mL 内标元素中间溶液（6.2.11）于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（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：感量 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。准确称取 0.2 g~0.5 g 试样（精确至 0.000 1g）于消解罐中，加入 8 mL 硝酸（6.2.3），浸泡 10 min，然后加入 2 mL 过氧化氢（6.2.5），反应 10 min，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（附录 A）进行消解，消解完毕后，取出，冷却至室温。使用可调温电热板 150 °C 条件下，将酸液赶至体积约 2 mL 左右取下，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 3 次~5 次，洗液一并转移至容量瓶中，定容，摇匀，使微孔滤膜（6.2.15）过滤，作为试样溶液，备用。同时做空白试验。

6.5.2 仪器参考条件

a) 射频功率（W）：1600；

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 (°C) : 2-3;
- g) 蠕动泵转速 (rpm) : 40;
- h) 碰撞气流量 氦气流量 (mL/min) : 5;
- i) 分析质量数: ^{78}Se

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, 选择铑 (^{103}Rh) 为内标元素, 在线加入内标元素工作溶液 (6.2.13), 用硝酸溶液 (6.2.7) 调零, 依次测定标准系列溶液 (6.2.12)、试剂空白溶液和试样溶液中硒 (^{78}Se) 的信号强度, 以标准系列溶液的浓度为横坐标、硒元素与内标元素响应值之比为纵坐标, 绘制标准曲线, 标准曲线相关系数 $r \geq 0.99$ 。当试样溶液的响应值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

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

$$w_3 = \frac{(\rho_2 - \rho_3) \times V_4 \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \times n \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- ρ_2 ——试样溶液中硒的浓度, 单位为纳克每毫升 (ng/mL);
- ρ_3 ——试剂空白溶液中硒的浓度, 单位为纳克每毫升 (ng/mL);
- V_4 ——试样溶液的总体积, 单位为毫升 (mL);
- n ——稀释倍数
- m ——试样质量, 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 °C | 升温时间 min | 保持时间 min |
|----|-------|----------|----------|
| 1 | 80 | 5 | 5 |
| 2 | 110 | 5 | 5 |
| 3 | 180 | 5 | 25 |