

文章编号: 1000-5471(2007)06-0029-04

攀枝花芒果中微量硒的测定^①

刘兴艳

四川师范大学 化学与材料科学学院, 成都 610066

摘要: 利用 AFS-203E 原子荧光分光光度计, 找出测定硒的最佳消解条件, 并测定了攀枝花市盐边县吉禄、瓦橙、金白花、凯特 4 种芒果中硒的含量. 得出了攀枝花市盐边县的 4 种芒果是天然的富硒水果的结论. 为人们科学补硒提供了依据.

关键词: 原子荧光分光计; 硒; 测定; 芒果; 攀枝花

中图分类号: TS201.2; O657.3

文献标识码: A

硒是人体必需的微量元素, 硒因其独特的预防、治疗及保健功能而被称为“生命的奇效元素”, “生命第五元素”, “抗癌之王”, “心脏的守护神”, “延缓衰老的营养素”等. 在当今众多影响人体健康和儿童身体发育的“罪魁祸首”中, 硒元素缺乏是危害不小的因素之一. 因此, 科学补硒刻不容缓, 芒果是攀枝花的特色水果, 其含硒量是否较高, 它能否成为人体补硒的重要来源之一. 本研究为此提供了科学依据.

1 仪器与试剂

1.1 试剂

本方法中, 除特殊规定外, 所用试剂均为优级纯或分析纯, 试验用水为亚沸水. 硝酸(HNO_3)、高氯酸(HClO_4)、盐酸(HCl)、氢氧化钠(NaOH)、硼氢化钾(KBH_4)、铁氰化钾($\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$)均来源于成都化学试剂厂.

混合酸: 硝酸(HNO_3) + 高氯酸(HClO_4) = (4+1)混合酸

硼氢化钾(KBH_4)溶液(8 g/L): 称取 8.0 g 硼氢化钾(KBH_4), 溶于氢氧化钠(NaOH)溶液(5 g/L)中, 然后定容至 1 000 mL 混匀.

铁氰化钾($\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$)溶液(100 g/L): 称取 10.0 g 铁氰化钾($\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$), 溶于 100 mL 亚沸水中, 混匀.

硒标准储备液(质量分数为 0.1%): 国家钢铁材料试剂中心钢铁研究总院

硒标准应用液(质量分数为 0.000 01%): 吸取 0.1 mL 质量分数为 0.1% 的标准储备液, 定容至 100 mL 混匀.

1.2 仪器

AFS-230E 原子荧光分光光度计(北京海光仪器公司), DL-1 单联电热炉, SQ2119 多功能食品加工机(上海帅佳电子科技有限公司), 锥形瓶, 小漏斗, 烧杯, 容量瓶, 比色管等.

2 材料与方法

2.1 材料

分别选取吉禄、瓦橙、金白花、凯特等芒果品种. 取可食部分及皮分别打成匀浆备用.

① 收稿日期: 2007-04-06

基金项目: 四川省教育厅科研资金资助项目(2004A094).

作者简介: 刘兴艳(1962-), 女, 四川资阳人, 副教授, 主要从事食品安全方面的研究.

称取 5.0 g 左右芒果样品分别放在已标号的 150 mL 锥形瓶内, 加 10.0 mL 混合酸, 盖上小漏斗冷消化过夜. 次日于电热炉上低温加热, 并及时补加混酸. 当溶液变为清亮无色并伴有白烟时, 再继续加热至剩余体积 2 mL 左右, 切不可蒸干. 冷却, 再加 5 mL 6 mol/L 盐酸, 继续加热至溶液变为清亮无色并伴有白烟出现, 以完全将六价硒还原成四价硒. 冷却, 转移定容至 25 mL 容量瓶中. 吸取 10 mL 样品消化液于 15 mL 比色管中, 加浓盐酸 2 mL, 铁氰化钾溶液 1 mL, 混匀待测. 同时做空白试验.

2.2 方法

采用《食品中硒的测定》(GBT12399-1996) 用 AFS-230E 原子荧光分光光度计(北京海光仪器公司)自动计算结果方式测量: 首先生成数据库, 再连接数据库. 设定好仪器测量最佳条件, 先走空白, 待仪器稳定后开始测量. 先测定标准样品系列, 绘制标准曲线. 再测定样品. 测定完毕后, 选择“打印报告”即可将测定结果自动打印.

3 结果

3.1 仪器工作条件选择

负高压: 300 V; 灯电流: 80 mA; 原子化温度: 800 °C; 炉高: 8 mm; 载气流速: 400 mL/min; 屏蔽气流速: 1 000 mL/min; 测量方式: 标准曲线法; 读数方式: 峰面积; 延迟时间: 0.1 s; 读数时间: 10 s; 加液时间: 8 s; 进样体积: 2 mL.

3.2 测定条件的选择

实验中选择 HCl 的浓度为 4 mol/L. 选择 NaBH₄ 的浓度为 0.8%. 采用加入铁氰化钾是 Cu 生成络离子而消除其干扰.

3.3 样品前处理方法对比

对于生物样品的处理, 多采用硝酸-高氯酸, 硝酸-硫酸, 硝酸-过氧化氢消解法等进行前处理, 因此, 实验通过对比这三种前处理方法找出最佳前处理方法.

通过称取 5 g 左右同种芒果样品, 加入不同的消解液进行处理后测定. 实验数据见表 1.

表 1 不同前处理方法硒含量的测定

| 处理方法 | 试 样 | | | 测定结果 /($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$) | 相对标准偏差/% |
|--|---|---|---|--|----------|
| | 样品 1 含硒量 /($\times 10^{-3} \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$) | 样品 2 含硒量 /($\times 10^{-3} \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$) | 样品 3 含硒量 /($\times 10^{-3} \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$) | | |
| 硝酸-高氯酸 HNO ₃ -HClO ₄ | 1.805 6 | 1.783 7 | 1.802 3 | 1.797 2 | 2.25 |
| 硝酸-硫酸 HNO ₃ -H ₂ SO ₄ | 1.706 2 | 1.542 0 | 1.802 3 | 1.683 5 | 7.82 |
| 硝酸-过氧化氢 HNO ₃ -H ₂ O ₂ | 1.721 4 | 1.630 5 | 1.664 5 | 1.672 1 | 2.75 |

由上可知, 硝酸-硫酸、硝酸-过氧化氢消解法处理样品后硒的损失较多, 对于实验结果影响较大. 因此, 利用硝酸-高氯酸消解是样品处理的最佳选择.

3.4 样品分析

3.4.1 标准曲线绘制

标准曲线的配制: 分别取 0.0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 mL 标准应用液于 15 mL 比色管中, 用亚沸水定容至 10 mL, 再分别加浓盐酸 2 mL, 铁氰化钾 1 mL, 混匀, 制成标准工作曲线.

上机测定, 记录数显示荧光值, 绘制标准曲线(图 1). 相关系数 $r=0.999 2$, 线性方程为 $I_f=90.068c+40.845$.

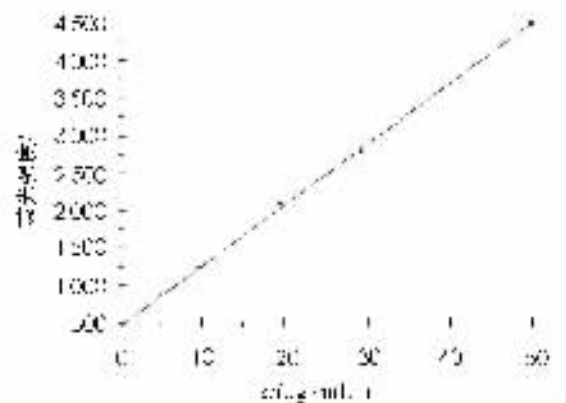


图 1 标准曲线(Se)

3.4.2 实际样品测定

实验所得数据见表 2.

表 2 芒果中硒的测定结果

| 芒果样品 | | 试 样 | | | 测定结果 $/(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$ | 相对标准偏差 /% |
|------|----|---|---|---|--|--------------|
| | | 样品 1 含硒量 $/(\times 10^{-3} \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$ | 样品 2 含硒量 $/(\times 10^{-3} \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$ | 样品 3 含硒量 $/(\times 10^{-3} \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$ | | |
| 吉 禄 | 果肉 | 13.237 5 | 13.437 2 | 13.103 6 | $13.259 4 \times 10^{-3}$ | 1.27 |
| | 果皮 | 92.147 8 | 92.234 4 | 92.018 6 | $92.133 6 \times 10^{-3}$ | 1.72 |
| 金白花 | 果肉 | 4.809 5 | 14.381 7 | 14.643 2 | $14.611 5 \times 10^{-3}$ | 1.04 |
| | 果皮 | 65.269 3 | 65.087 3 | 65.294 5 | $65.217 0 \times 10^{-3}$ | 1.02 |
| 瓦 橙 | 果肉 | 159.070 8 | 159.127 3 | 159.538 9 | $159.245 7 \times 10^{-3}$ | 0.11 |
| | 果皮 | 111.082 0 | 110.996 4 | 111.093 8 | $111.057 4 \times 10^{-3}$ | 0.05 |
| 凯 特 | 果肉 | 77.147 8 | 77.875 1 | 77.419 2 | $77.480 7 \times 10^{-3}$ | 0.34 |
| | 果皮 | 12.410 8 | 12.492 8 | 12.364 2 | $12.422 6 \times 10^{-3}$ | 0.52 |

由表 2 可以看出: 果肉中瓦橙(Wacheng)芒果中含硒量最高, 第二是凯特(kaite)芒果含硒量, 吉禄(Ji-lu)芒果硒含量最低, 金白花(Jinbaihua)芒果中硒含量介于吉禄与凯特之间. 果皮中瓦橙芒果中含硒量最高, 第二是吉禄芒果含硒量, 凯特芒果硒含量最低, 金白花芒果中硒含量介于吉禄与瓦橙之间.

4 结 论

1) 本实验测定了攀枝花市盐边县四种芒果中硒的含量, 为人们科学补硒提供了依据. 通过以上测定可知, 吉禄芒果肉硒量为 $13.259 4 \times 10^{-3} \mu\text{g}/\text{g}$, 金白花芒果肉硒量为 $14.611 5 \times 10^{-3} \mu\text{g}/\text{g}$, 瓦橙芒果肉硒量为 $159.245 7 \times 10^{-3} \mu\text{g}/\text{g}$, 凯特芒果肉硒量为 $77.480 7 \times 10^{-3} \mu\text{g}/\text{g}$.

2) 硝酸-高氯酸消解法, 硝酸-硫酸消解法, 硝酸-过氧化氢消解法处理芒果样品, 找出较好的前处理方法, 得出了利用硝酸-高氯酸消解芒果样品是最佳选择的结论.

3) 测定结果与我国《食品中硒限量标准》(GB13105—91)和《富硒食品含硒量标准》(GB/EFZ—01—93)比较得知攀枝花市盐边县吉禄、瓦橙、金白花、凯特 4 种芒果肉中硒的含量已达到富硒食品含硒量标准. 成为天然富硒产品.

4) 吉禄和金白花的成熟度达到九成, 而瓦橙和凯特的成熟度达到七成. 所以吉禄和金白花的果皮中硒含量大于果肉, 而瓦橙和凯特的果肉中硒含量大于果皮.

参考文献:

- [1] 杜立芹. 硒与免疫 [J]. 国外医学卫生学分册, 1999, 26(2): 91—94.
- [2] 段序梅. 硒代谢及其抗癌作用的生化机理 [J]. 国外医学医学地理分册, 1999, 20(2): 52—54.
- [3] 范哲锋, 冀向利, 解惠敏. 微波消解氢化物发生 ICP—AES 法测定川山紫中痕量硒 [J]. 理化检验—化学分册, 2001, 37(11): 493—494.
- [4] 董银根, 沈惠君. 石墨炉原子吸收光谱法测定奶牛血清中硒 [J]. 光谱学与光谱分析, 2002, 22(4): 691—692.
- [5] 胡益水, 苏文周. 一阶导数荧光法测定茶叶的硒 [J]. 分析化学, 1996, 24(3): 371—373.
- [6] Eija-Riitta Vealinen, et al. Effect of selenium supplementation on the selenium content in muscle and liver of Finnish pigs and cattle [J]. J Agric Food Chem. 1997, 45: 810—813.
- [7] Clement I P, Cassandra Haves, Rase Manir Budnick, et al. Chemical form of selenium, Critical metabolites and Cancer Prevention [J]. Cancer Research, 1991, 51: 595—600.
- [8] 孙 沂, 马文昭, 李好枝, 等. 测定血浆中微量硒的三元包合物荧光分析法 [J]. 分析测试学报, 2001, 20(2): 39—42.
- [9] 李建国, 王耀荣, 魏永前, 等. 硒(IV)—碘化物—罗丹明 6G 体系荧光猝灭反应测定茶叶痕量硒 [J]. 分析试验室, 1997, 16(5): 52—54.
- [10] 贺立东. 分光光度法测定霉硒酵母中有机硒的含量 [J]. 食品工业科技, 2000, 21(5): 67—68.

- [11] 贺萍, 许卉, 李静. 双硫脲—四氯化碳萃取分光光度法测定海产品中痕量硒 [J]. 分析化学, 2000, 28(11): 1445—1447.
- [12] 刘长久, 严进. 催化动力学法测定痕量硒(IV) [J]. 分析化学, 1997, 25(5): 67—68.
- [13] 李玉环, 王锋. 催化动力学光度法测定植物中的痕量硒(IV) [J]. 微量元素与健康研究, 2002, 19(2): 64—66.
- [14] 贾奎寿. 催化光度法测定微量硒消除干扰离子的研究 [J]. 光谱试验室, 2002, 19(4): 437—440.
- [15] 邹菁, 张平, 杨志刚, 等. 氢化物—无色散原子荧光法测定螺旋藻胶囊中的微量硒 [J]. 分析试验室, 1998, 17(5): 84—86.
- [16] Licheng Chen, et al. Determination of selenium concentration of rice in China and the effect of fertilization of selenite and selenate on selenium content of rice [J]. Journal of Agriculture and Food Chemistry, 2002, 50: 5128—5130.
- [17] GB/T 12399—1996, 食品中硒的测定[S].

The Determination of Selenium in Mango in Panzihua

LIU Xing-yang

Chemistry and Material Science College, Sichuan Normal University Chengdu 610066, China

Abstract: Determination and study of the trace element selenium in food is an important aspect of selenium research. The thesis used AFS-203E atomic fluorescence spectrometer to find out the best condition for selenium determination as well as the content of selenium in four kinds of mango, JiLu, WaCheng, Jinbaihua and Kaite in Yanbian county of Panzihua, then come to the conclusion that these four kinds of mango in Yanbian county of Panzihua are the natural fruits full of selenium, which provide basis for reinforcing selenium scientifically.

Key words: atomic fluorescence spectrometer; selenium; determination; mango; Panzihua

责任编辑 潘春燕