

HG-AFS 法测定甲鱼肉中硒

段 敏, 王 波

西北农林科技大学测试中心, 陕西 杨凌 712100

摘 要 采用湿法消解原子荧光光度法对甲鱼肉中硒元素含量进行了分析测定。该方法加标回收率为 96.2%~103.0%, 相对标准偏差(RSD)为 3.69%, 猪肉国家标准物质(GBW08552)的测定值与标准值相吻合。结果表明: 甲鱼肉中硒元素的含量非常丰富, 硒含量是普通动物鲜肉中的 1.2~9.4 倍; 是新鲜瓜果蔬菜的几十至几百倍。本测定结果可为研制开发富硒甲鱼保健食品提供有价值的和可靠的科学依据。

主题词 原子荧光光度计; 甲鱼; 硒元素

中图分类号: O657.3 **文献标识码**: A

文章编号: 1000-0593(2005)08-1358-03

甲鱼(*Trionyx triunguis*), 又称鳖、团鱼, 味美肉鲜, 营养十分丰富, 自古就是我国传统食疗的滋补佳品。甲鱼肉中除含有蛋白质和矿物质外, 还含有不饱和脂肪酸、氨基酸、维生素等多种营养成分; 具有不同的营养保健功能, 对高血压、人体血管老化、冠心病和慢性肝炎等病症患者有益, 还有很好的抗癌作用和机体免疫力的功能; 甲鱼肉可以入药, 是开发高级保健食品的优质原料^[1]。

硒是人体必需的微量元素之一。人体缺硒可患克山病, 大骨节病, 心脏病, 白内障, 新生儿溶血性贫血等, 动物实验证实硒具有抗多种致癌物质的作用^[2]。因此硒元素与人体正常的新陈代谢、健康和发育有直接的关系^[3]。对甲鱼肉中硒元素的报道甚少, 本文采用原子荧光光度法对甲鱼肉中硒元素的含量进行了测定。

1 实验部分

1.1 仪器与工作条件

AFS-1201 原子荧光光度计, 附有硒空心阴极灯(北京海光仪器公司)。

工作条件: 原子化器高度为 8 mm, 负高压为 300 V, 灯电流为 60 mA, 载气流速为 300 mL·min⁻¹, 屏蔽气流速为 700 mL·min⁻¹。

1.2 试剂及制备

0.5% KOH 溶液: 称取 1.00 g KOH(GR)溶于 200 mL 水中。

2.0% K BH₄ 溶液: 称取 4.00 g KBH₄(GR)溶于 200 mL 0.5% KOH 溶液中, 若有沉淀过滤后使用。

HNO₃(GR, 65%~68%), HCl(GR, 36%~38%), H₂O₂(AR, 30%), HClO₄(GR, 70%~72%)。

Se 标准溶液(1 mg·mL⁻¹): 称取 1.000 0 g 高纯 Se 粉于 100 mL 烧杯中, 加入 10 mL HNO₃, 于水浴上加热溶解, 移入 1000 mL 容量瓶中, 用水定容, 混匀。此溶液含 Se 1 mg·mL⁻¹。

Se 标准使用液: 吸 1 mg·mL⁻¹ Se 储备液 1 mL, 移入 100 mL 容量瓶中, 加入 30 mL(1+1)HCl, 用水定容。混匀, 此溶液含 Se 10 μg·mL⁻¹。

1.3 材料

1.3.1 试验材料

供试验用的甲鱼肉由西北农林科技大学食品科学与工程学院提供。

1.3.2 猪肉标准物质

商业部谷物油脂化学研究所研制, 国家计量局批准的标准物质, 编号为: GBW08552。

1.4 样品处理

称取打碎的甲鱼肉 5 g(精确至 0.1 mg)左右, 放入三角瓶中, 加 16 mL HNO₃ 浸泡过夜, 再加入 2 mL HClO₄, 同时作空白对照, 摇匀, 于电热板上低温加热消化至白烟冒尽, 如果消解液为黑色或酱褐色, 则补加 HNO₃ 继续消化至黑色或酱褐色消失且溶液呈淡黄色, 剩余 1 mL 左右溶液时, 加入 5 mL 6 mol·L⁻¹ HCl, 加热煮沸 5~10 min, 冷却, 洗入 25 mL 容量瓶中, 用 6 mol·L⁻¹ HCl 稀释至刻度。直接用原子荧光光度计测定硒含量。

1.5 标准系列

准确吸取 10 μg·mL⁻¹ 硒标准溶液配制标准系列, 浓度为 (ng·mL⁻¹): 0.0, 10.0, 20.0, 40.0, 80.0, 120.0, 160.0, 200.0, 介质为 3 mol·L⁻¹ 盐酸, 线性回归方程为: $y = 3.715x - 4.503$, 相关系数为 $r = 0.9998$ 。

2 结果与讨论

2.1 酸消解体系的选择

研究了 $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$, $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ 和 $\text{HNO}_3/\text{HClO}_4$ 三种酸消解体系。实验表明: $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ 消解体系中, 由于 H_2SO_4 中含有硒, 会给实验带来污染, 造成测定结果不准确。因此在使用时需要除硒; 而 $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$ 消解体系消化时间较长, 且 H_2O_2 氧化能力较差; 因此选用 $\text{HNO}_3/\text{HClO}_4$ (8:1, φ) 消解体系比较合适。

2.2 KBH_4 浓度影响

配制不同浓度的 KBH_4 溶液, 分别测定浓度为 $20 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的硒标准溶液的荧光强度。结果如表 1 所示。

由表 1 可见, 随着 KBH_4 浓度增大, 荧光强度逐渐升高, 当 KBH_4 浓度达到 2% 时, 荧光强度基本不变。因此, 本方法选用 2% KBH_4 溶液。

Table 1 Influence of KBH_4 concentration on I_f

KBH_4 浓度/%	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0
荧光强度/ I_f	5.5	7.0	73.1	85.5	86.2	85.7

2.3 酸度对测定结果影响

氢化物发生反应要求有适宜的酸度。测定时应选择无氧化性的 HCl 作介质。配制不同酸度的硒标准溶液, 分别测定其荧光强度。结果如表 2 所示。

Table 2 Influence of HCl concentration on I_f

HCl 浓度/ $(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$	1.0	2.0	4.0	6.0	8.0	10.0
荧光强度/ I_f	175.5	179.3	176.8	175.7	177.2	180.6

由表 2 可见, HCl 浓度在 $1.0 \sim 10.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 范围内, Se 的灵敏度不受影响, 对标准溶液的荧光强度影响不大。因此, 在样品测定时, 将酸浓度定为 $3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

2.4 共存离子干扰

本方法在 Se 5 和 $10 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$ 两种浓度下, 研究了共存离子的干扰情况(以倍数计): $\text{K}(20\ 000)$, $\text{Na}(90\ 000)$, $\text{Ca}(100\ 000)$, $\text{Mg}(20\ 000)$, $\text{Cu}(35)$, $\text{Fe}(600)$, $\text{Mn}(25)$, $\text{Zn}(320)$, $\text{Sr}(550)$ 等均不干扰 Se 的测定。能形成氢化物的元素如 Bi , Hg , Sb , As 和 Cd 在 $500 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$ 浓度下不干扰 Se 的测定。

2.5 测定结果与方法精密度

按照 1.4 节中样品处理方法消化甲鱼肉样品和 1.1 节所给的仪器工作条件, 用原子荧光光度计对甲鱼样品消化液中硒元素进行 8 次平行测定, 其平均测定结果为 $0.208 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$, RSD 为 3.69%。

2.6 方法准确度试验

采用标准加入法对本法的准确度进行考察, 其回收率为 96.2%~103.0%, 结果见表 3。

Table 3 The average recovery of this method

样号	样品浓度/ $(\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1})$	加标量/ $(\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1})$	回收量	回收率/%
1		10.0	31.1	103.0
2		20.0	40.5	98.5
3	20.8	40.0	60.4	99.0
4		80.0	101.7	101.1
5		150.0	165.1	96.2

为了考察方法的准确性, 用本法对国家标准物质猪肉($\text{GBW}08552$)中的硒含量进行测定, 其回收率为 98.6%, 结果见表 4, 表明本方法准确可靠。

Table 4 Determination results of national standard matter

元素	标准值/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	测定值/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	回收率/%
Se	0.49 ± 0.05	0.483	98.6

3 营养价值分析

硒是人体必需的重要微量元素, 成人每天通过尿液、粪便、汗液和毛发等排出的硒约为 $50 \mu\text{g}^{[4]}$, 这些硒的损失主要通过摄入食物中所含的微量硒来补充。由实验结果可知, 甲鱼肉中微量元素硒含量极为丰富, 与食品中硒含量相比较^[5], 甲鱼肉中硒含量是兔肉的 2.0 倍, 驴肉的 3.4 倍, 马肉的 5.6 倍, 狗肉的 1.4 倍, 牛肉(不同部位)的 2.0~8.9 倍, 羊肉的 2.5~6.6 倍, 猪肉的 1.6~9.4 倍, 鸡肉的 1.6~3.9 倍, 鸭肉的 1.7 倍, 鹅肉的 1.2 倍; 是新鲜瓜果蔬菜的几十甚至几百倍。显然, 甲鱼确有很高的营养价值和很好的药用价值, 是补硒的理想物质, 也是一种极佳的营养保健食品。因此, 本文的研究是很有实际意义的; 李晖等^[6]也曾利用光谱方法测定过骨头中的硒。

参 考 文 献

- [1] Jiangsu New Medical College(江苏新医学院编). Voluminous Dictionary of Chinese Traditional Medicine(中药大辞典·下册). Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Press(上海: 上海科技出版社), 1986.
- [2] KONG Xiang-rui(孔祥瑞). Essential Trace Elements(First Edition)(必需微量元素·第 1 版). Hefei: Anhui Scientific and Technical Press(合肥: 安徽科学技术出版社), 1982.
- [3] KONG Xiang-rui(孔祥瑞). Nutrition Physiology and Clinic Meaning of Essential Trace Elements(必需微量元素的营养、生理及临床意义). Hefei: Anhui Scientific and Technical Press(合肥: 安徽科学技术出版社), 1982.
- [4] Compilation Group of Inorganic and Analytical Chemistry of Nanjing University(南京大学“无机与分析化学”编写组). Inorganic Analytical Chemistry(The Third Edition)(无机与分析化学·第 3 版). Beijing: Higher Education Press(北京: 高等教育出版社), 1998.

- [5] China Preventive Medical Science Institute, Research Institute of Nutrition and Food Hygiene(中国预防医学科学院 营养与食品卫生研究所编著). Food Composition List(食物成分表). People's Medical Press(人民卫生出版社), 1991.
- [6] LI Hui, HU Xiao-rong, CHENG Guang-lei(李 晖, 胡晓荣, 程光磊). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2004, 24(10): 1264.

HG-AFS Determination of Se in Trionyx Triunguis

DUAN Min, WANG Bo

Testing Centre, Northwest Sci-Tech University of Agriculture and Forestry, Yangling 712100, China

Abstract The Se content in *Trionyx triunguis* was studied by atom fluorescence photometer with wet digestion. The recovery of the method is 96.2%-103.0%, relative standard deviation is 3.69%, the determined value of national standard substance pork are agree with standard value; and the method is simple, convenient, fast with good accuracy and precision. The results showed that Se in *Trionyx triunguis* was very rich, more 1.2-9.4 than Se content in animal meal, more ten to hundred than it in refresh vegetables and fruits. These results provide a useful scientific base for making and exploiting healthy foods with Se *trionyx triunguis*.

Keywords Atom fluorescence photometer; *Trionyx triunguis*; Se element

(Received Mar. 16, 2004; accepted Jun. 28, 2004)

中国化学会关于召开“第 9 届全国分析化学年会 暨第 9 届原子光谱学术会议”的征文通知

(第一轮通知)

中国化学会决定于 2006 年 10 月中旬在英雄城南昌市召开“第九届全国分析化学年会暨第 9 届原子光谱学术会议”，并委托南昌大学负责筹办。会议将就我国自上届学术会议以来分析化学学科的新成就、新进展和加快我国分析化学学科的发展进行学术交流和讨论，热忱欢迎大家踊跃投稿和参加会议。现将有关事项通知如下：

一、征文内容

(1)原子光谱分析法；(2)分子光谱分析法；(3)色谱法与分离科学；(4)电分析化学法；(5)波谱法(包括顺磁、核磁共振)；(6)质谱分析；(7)形态、表面及结构分析；(8)化学计量学；(9)生物分析化学；(10)环境分析化学；(11)联用方法与自动化分析；(12)临床与药物分析；(13)痕量分析；(14)纳米微粒与分析化学；(15)分析仪器及装置；(16)其他。凡属上述领域中的研究论文均为本次大会的征文范围。已在刊物上发表或在全国会议上报告过的论文不在应征之列。会议将组织分析化学前沿的专题报告、分组报告和讨论，并邀请部分国外学者和海外华裔学者与会。

二、征文要求

应征论文须用 Word 软件编辑，包括题目、作者、单位、必要的图表、结果和讨论、主要参考文献 2~5 篇，全文不超过 2 页 A4 纸(标题小三号黑体，全文小四号宋体)、15 cm×24 cm，共约 1000~1500 字(包括图表)。同时含有英文题目、作者姓名和单位。截稿日期 2006 年 5 月 30 日。

三、论文处理

会议筹备组将组织专家对应征论文进行评审。录用的论文将在会议上报告或报展，并在会前出版论文集，请自留底稿，所有的稿件恕不退还。

四、收稿地址

江西省南昌市南昌大学化学系：梁汝萍、邱萍同志收，邮编 330047。请用挂号邮寄，并在信封上注明“会议征文”，写清详细通讯联系人地址、邮编和 E-mail 地址。也可以附件直接发至：rpliang@ncu.edu.cn 和 pingqiu@ncu.edu.cn 电子信箱。有关稿件的处理意见，会议具体日期、地点、注册费用等项事宜请见第二轮通知。

本会欢迎国内外分析仪器公司、厂商到会介绍和展出产品，有关具体事宜请与筹备组联系。会议筹备组联系人：万益群，电话：0791-8304654；倪永年，电话：0791-8326232。传真：0791-8321370。

第九届全国分析化学年会筹备组

南昌大学化学系、南昌大学分析测试中心代章

2005 年 6 月 22 日