

# 原子荧光光谱法测定富硒大米中的有机硒

孙 梅

(中国科学技术大学 微尺度物质科学国家实验室(筹), 合肥 230026)

**摘要:** 目的: 研究富硒大米中有机硒含量的测定方法。方法: 超声萃取—原子荧光光谱法测定有机硒的含量。

结果: 按实验所建立的方法, 发现有高的样品加标回收率和好的测定精密度。结论: 应用原子荧光法测定富硒大米中有机硒含量的方法切实可行。

**关键词:** 有机硒; 超声萃取; 原子荧光光谱法; 大米

中图分类号: O657.31 文献标识码: A 文章编号: 1005—5320(2012)03—0031—02

## Determination of organic selenium in Se—enriched rice samples by atomic fluorescence spectrometry

SUN Mei

(Hefei National Laboratory for Physical Sciences on Microscale, University of Science and Technology of China, Hefei 230026, China)

**Abstract:** Objective: To research the way of determining organic selenium content in selenium—enriched rice sample by atomic fluorescence spectrometry. Methods: Selenium content was determined by atomic fluorescence spectrometry after ultrasonic extraction. Results: High recovery of sample and good precision were obtained for the established method. Conclusion: The method of determining organic selenium content in selenium—enriched rice sample was achievable by atomic fluorescence spectrometry.

**Key Words:** Organic selenium; Rice rice; Ultrasonic extraction; Atomic fluorescence spectrometry

硒是人体必需的微量元素, 硒在体内以硒酶和硒蛋白等形式存在, 具有抗癌、抗氧化和提高免疫力等作用, 并具有调节维生素 A, C, E, K 吸收的作用及参与辅酶合成等生物学过程。人们逐步发现硒与人和动物的几十种疾病息息相关, 1973 年世界卫生组织将硒确定为人类和动物必需营养元素之一。机体硒的主要来源是食品, 但天然食品中硒的含量较低, 很难满足人体正常生理需要, 近年来, 富硒食品备受人们的关注。富硒食品中硒的形态有很多种, 常见的化学形态有硒酸盐 ((Se(VI))), 亚硒酸盐 (Se(IV)), 硒代蛋氨酸 (SeMet)、硒代胱氨酸 (SeCys2)、硒代乙硫氨酸 (SeEt)、三甲基硒 (TMSe)、硒脲 (SeUr) 等。硒可分为无机硒和有机硒, 无机硒毒性大, 而有机硒毒性小、生物利用率高。随着人们生活水平的提高, 测定富硒食品中有机硒含量对健康营养膳食的制定, 指导人体硒的摄入量具有十分重要的意义。国外在硒形态方面已有一些研究报告, 但由于硒形态种类多, 分离和提取难度大; 对食品中含

硒化合物结构信息以及可获得的含硒化合物标准品的限制, 目前国内多见综述性报道<sup>[1~3]</sup>, 对硒形态的实验研究报道较少。本实验参考文献资料<sup>[4]</sup>, 采用常温超声萃取法, 以水和环己烷为提取剂, 利用原子荧光光谱法对富硒大米中的有机硒含量进行了测定。

### 1 实验部分

#### 1.1 仪器与试剂

1.1.1 仪器 AFS—9130 双道原子荧光光度计 (北京吉天仪器有限公司); AS—90 自动进样器; 离心机。

AFS—9130 仪器的最佳工作条件: 见表 1。仪器测量条件: 读数时间: 10 s, 延迟时间: 0.5 s, 读数方式: Peak area, 载流: 7%HCl, 还原剂: 1%KBH<sub>4</sub> (介质为 0.5%NaOH)。

表 1 仪器工作条件

测定	光电倍增	原子化器	原子化器	灯电流	载气流量	屏蔽气
波长	管负高压	温度	高度	灯电流	载气流量	流量
(nm)	(nm)	(°C)	(mm)	(mA)	(ml/min)	(ml/min)
196.0	340	200	8	78	400	1000

1.1.2 试剂 硒元素标准溶液; 盐酸; 硝酸; 高氯酸; 环己烷; 硼氢化钾; 氢氧化钠。

收稿日期: 2012—03—12

基金项目: 中央高校基本科研业务费专项资金 (WK2340000028); 中国科学技术大学青年科学基金 (KA234000003)

作者简介: 孙 梅(1974—), 女, 助理研究员, 硕士, 专业方向: 分析化学。

## 1.2 样品前处理

富硒大米样品用去离子水清洗几遍后, 置于烘箱中于 60°C 低温烘干、磨碎, 过 100 目筛子, 待用。

### 1.2.2 总硒的测定

准确称取 0.5000 g 大米粉样品, 置于玻璃烧杯中, 加入 10 ml 的硝酸—高氯酸混合酸 (10 : 1, V/V), 在电热板上加热消解至无色透明, 取下冷却后加 2 ml 盐酸, 再置于电热板上加热沸腾几分钟后取下, 冷却后, 等容到 10 ml 待测。

### 1.2.3 有机硒与无机硒形态的分离

称取 1 g 米粉, 置于三角烧瓶中, 加入 30 ml 去离子水, 超声振荡 30 min, 于 4500 r/min 离心 15 min, 上清液收集后, 倒入分液漏斗中, 加入 5 ml 环己烷萃取, 收集水相于烧杯中, 再按照无机硒处理方法进行消解、测定。

## 2 实验结果

### 2.1 工作曲线的绘制

配置 10.0 ng/ml 的硒标准溶液, 仪器通过自动进样器自动配制一系列标准溶液, 浓度分别为 2.5, 5.0, 10.0 ng/ml 的标准工作溶液, 依次测定其荧光值, 相关系数为 0.9995, 结果见表 2。

表 2 硒标准工作曲线

浓度 (ng/ml)	2.5	5.0	10.0
荧光强度	68.06	342.31	728.91

## 2.2 样品加标回收试验

试验过程中对 GBW08502 大米粉成分分析标准参考物质中的硒含量进行了分析, 实测值为  $0.038 \pm 0.006 \text{ mg/g}$ , 参考值为  $0.045 \pm 0.008 \text{ mg/g}$ , 发现两者之间没有明显的差异。

同时对大米样品进行了加标回收试验, 发现样品加标回收率在 90.2%~95.4% 之间。

### 2.3 样品中有机硒含量的测定

利用本实验建立的方法, 测定了富硒大米中的有机硒含量, 结果见表 3。

表 3 富硒大米样品中有机硒含量的分析结果 (ng/g)

样品	总硒	无机硒	有机硒
大米	$124.2 \pm 0.5$	$26.9 \pm 0.6$ (21.7%)	$97.3 \pm 0.5$ (78.3%)

## 参考文献:

- [1] 陈永波, 薛仁梅, 马作江, 等. 硒的检测技术研究进展 [J]. 氨基酸和生物资源, 2010, 32(2): 41—44.
- [1] 仲 娜, 王小如, 陈登云. 有机硒的研究进展 [J]. 中国药事, 2007, 21(4): 268—271.
- [3] 梅光泉, 应惠芳. 微量元素硒与植物有机硒化合物 [J]. 微量元素与健康研究, 2003, 20(6): 59—61.
- [4] 崔海容, 陈建华, 谷家越, 等. 顺序注射 HG-AFS 法测定富硒农产品中无机硒和有机硒 [J]. 分析科学学报, 2005, 21(5): 545—548.

## 名人养生各有道

乔榛——著名配音演员。他得癌症十几年, 从不悲观绝望。他说:“人活着就是一个心态, 端正了, 就会增强免疫力。”

吴文藻——他历经坎坷, 但从不诉说自己的委屈, 从不抱怨任何人。他认为这是养生不可或缺的因素。

金庸——年过古稀, 依旧潇洒自如、风度翩翩, 是因为他长期保持一种顺其自然的精神状态。他认为, 处惊不乱是人可贵的品质。人遇上困难事, 愈轻松愈容易对付。

阿沛·阿旺晋美——他的爱好相当广泛, 游泳、桥牌、围棋、书法、收藏等都很有造诣。常年坚持, 乐而忘忧, 修身养性, 延年益寿。

张瑞芳——每天走 3000 米, 坚持梳头 100 次, 经常自己进厨房做饭。

季羡林——著名语言学家。他养生采取“三不主义”, 就是不锻炼(少不了散步)、不挑食、不嘀咕。

齐白石——齐大师养生有“七戒”, 即烟、酒、狂喜、悲愤、空思、偷懒、虚度。

陈云——他一天的食谱是: 早餐: 一碗豆浆、一个面包; 中餐: 二两米饭, 一荤一素; 晚餐: 与中午相同, 另加一小碗汤。

臧克家——著名诗人, 年近百岁, 身体尚好, 笃信“粗茶淡饭保平安”的哲理。他钟爱自家饭菜, 说“自家饭菜最养人”。

(作者通联: 721008 陕西省宝鸡市姜谭路 33 号人民总医院 李延晶)