

采用基体改进剂的原子吸收法 测定食品中微量硒

张 奇

(中央研究所)

摘要 采用以镍作基体改进剂的原子吸收法测定食品中微量硒,可提高样品处理的灰化程度,降低背景干扰。该方法灵敏、准确。

关键词 硒;原子吸收;改进剂

0 引 言

硒是一种多功能营养物质,是人体必需的微量元素。人体中硒几乎全部来自食物。由于硒的易挥发性,基体干扰及食物中含量低等因素,使常用的石墨炉原子吸收法难以准确测定。

消除或降低基体干扰,提高灰化温度的方法一般采用化学基体改进剂和平台原子化技术。文献报道:硝酸铵、碘化钾、重铬酸钾及铜、钼、铈、镍、锡等均可作为测定硒的化学改进剂。但这一技术用于食品中硒的测定尚未见报道。以镍作基体改进剂,测定食品中微量硒的方法,灵敏度高,准确性好,结果令人满意。

1 实 验

1.1 仪器

PE-3030 原子吸收光谱仪、HGA-500 型石墨炉、AS-40 自动进样器、硒无极放电灯、波长 196nm,谱带宽 2.0nm,PE-热解涂层石墨管,采用大功率管壁原子化,积分光度读数,氘灯背景校正,石墨炉操作条件见表 1。

表 1 石墨炉升温程序

程 序	温度(℃)	升温(S)	保持(S)	气流(ml/min)
干燥	120	25	20	300
灰化	1000	25	15	300
原子化	2200	0	4	0
清洗	2500	1	2	300
冷却	25	10	10	300

收稿日期:1994-04-13

1.2 试剂及玻璃仪器

硒标准溶液(1000mg/L) 溶解 1.000g 硒粉(光谱纯)于 20ml 浓硝酸中,完全溶解后转移到 100ml 容量瓶中,用 1.0% HCl (v/v) 稀释至刻度。

改进剂(0.1%镍) 0.1g 镍粉(光谱纯)用少量(1+1)的 HNO₃ 溶解用 1% (v/v) 的 HNO₃ 稀释至 100ml。

其它所用试剂均为分析纯。所用玻璃器皿、塑料小杯均在 10%~15% HNO₃ 中浸泡 24h,用去离子水冲洗干净。

1.3 分析步骤

1) 样品处理 将固体食品切碎或捣碎,使其均匀。准确称取 0.5~1g 样品放入 100ml 磨口三角烧瓶中,加 10ml 浓硝酸、5ml 浓盐酸、加几粒玻璃珠,装上冷凝管,加热消化至溶液呈清澈无色或淡黄色,即消化到终点。冷却后用 5ml 去离子水冲洗冷凝管壁,取下冷凝管,再继续加热到溶液体积约 5ml 左右,取出,用去离子水定容到 25 或 50ml(视含硒量而定)。

2) 测定 将所制得溶液摇匀,按表 1 程序测定。样品进样量 20 μ l,改进剂进样量 10 μ l。

3) 标准工作曲线系列配制 0,10,20,40,60ng/ml 的硒标准工作溶液用 1000mg/L 的硒标准储备液逐级稀释而得。标准溶液与样品溶液进样量相同,样品中硒含量由工作曲线计算。

2 结果与讨论

2.1 镍对硒的化学改进作用及灰化温度的选择

图 1 表示原子化温度为最佳时,改进剂存在和不存在时硒的灰化曲线。由图 1 可见,不加改进剂镍,硒的最高允许灰化温度为 300℃。此温度不足于除去样品中基体干扰。加入基体改进剂镍,镍能与样品中硒产生热稳定的硒化镍,可提高灰化温度。从图中还可看到加入改进剂后的最佳灰化温度为 1000℃。

2.2 最佳原子化温度的选择

在选定的最佳灰化温度下改变原子化温度分别测定标准溶液硒和样品(花粉)中硒的吸光度,作两条关系曲线,选取最佳原子化温度。从图 2 看出,在石墨管壁原子化时,标准溶液

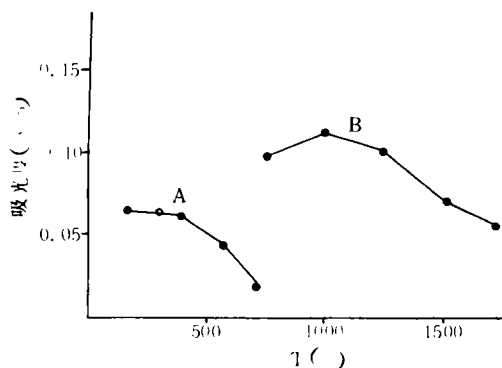


图 1 灰化温度对 Se 吸光度的影响

A 20ng/ml Se, 20 μ l

B 20ng/ml Se, 20 μ l + 10 μ l 0.1% Ni

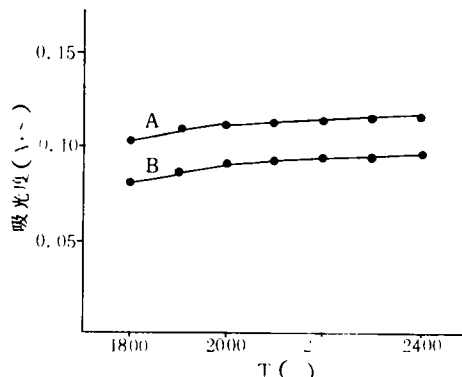


图 2 Se 吸光度与原子化温度关系

A 20ng/ml 标准溶液 20 μ l + 10 μ l 0.1% Ni

B 20ng/ml 花粉溶液 + 10 μ l 0.1% Ni

和样品溶液的两条曲线形状基本相同,均在 2100 C 趋于平稳,直到 2400 C 无明显变化。即原子化温度曲线的形状与样品基体关系不大。兼顾到测定灵敏度,石墨管寿命和减少记忆效应,本文采用 2200 C 作为原子化温度。

2.3 共存元素的干扰实验

据文献报道,碱金属和碱土金属卤化物对测硒有干扰。为了研究在加入基体改进剂后,这些盐类对测硒的干扰作用,本文做了以下实验:

取 20μl,20ng/ml 的硒溶液,10μl 0.1% 的镍,以及 10μl 各种离子的溶液加到石墨管中,按程序测定吸光度,并与同样量标准硒测得的吸光度比较(相对吸光度)以此来估计共存离子的干扰作用,见表 2。从表 2 看出,采用镍作基体改进剂,碱金属和碱土金属卤化物对测硒干扰不大。因多数食品在经过样品处理稀释后,干扰离子的浓度大体在表 2 所列范围。

2.4 标准曲线法与标准加入法

在样品(花粉)溶液中加入不同量的标准硒溶液,与标准系列一同测定其吸光度,见图 3。回归方程为:

$$Y = A + Bx$$

$$B_a = 0.01005$$

$$B_b = 0.01009$$

$$r = 0.9999$$

从图 3 可见:此两条曲线斜率基本相同,故两曲线平行,则可用硒的标准曲线作为测定食品中硒的工作曲线。

2.5 精度及回收率

几种食品中对硒测定精度及回收率见表 3,表 4。

表 2 硒(400pg)时共存离子干扰情况

干扰离子	浓度(μg/ml)	相对吸光度(%)
	0	100
Ca (CaCl ₂)	20	94
Mg (MgCl ₂)	20	98
Na (NaCl)	15	95
K (KCl)	15	98
Fe (FeCl ₃)	20	98
Zn (ZnCl ₂)	10	97

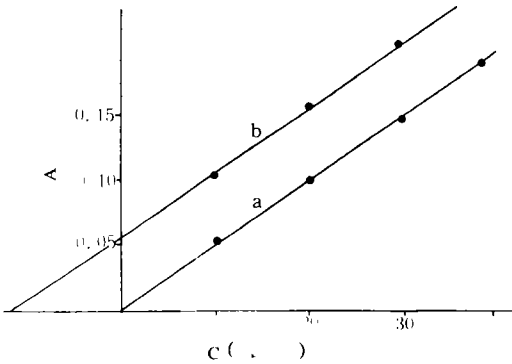


图 3 标准曲线和标准加入法曲线

A 标准曲线
B 标准加入法曲线:花粉硝化液稀释液中加入不同量的 Se

表 3 几种样品测定情况

样 品	n	均匀含化量(μg/g)	标准偏差(S)	变异系数 RSD(%)
花 粉	6	17.5	0.233	1.3
鱿鱼(干)	6	2.42	0.079	3.3
鸡旦粉	6	0.34	0.031	5.7
干 贝	6	0.62	0.025	4.2
紫 稻	6	0.21	0.015	7.1

续表 3

样 品	n	均匀含量($\mu\text{g/g}$)	标准偏差(S)	变异系数 $RSD(\%)$
婴儿粉	6	0.20	0.012	0.2
矿泉水	6	0.24	0.014	5.8
营养输液	6	3.96	0.020	2.5

表 4 样品的回收率

样 品	平均含量($\mu\text{g/g}$)	Se+加入量($\mu\text{g/g}$)	测得总量($\mu\text{g/g}$)	回收率($\%$)
花 粉	17.5	10	27.1	96
鱿鱼(干)	2.40	2	4.30	95
营养输液	3.96	4	7.73	94

参 考 文 献

1 Perkin-Elmer Corp. Techniques in Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry. 1985
2 Abdel-Rahman A H Y. Food Chem., 1984,13(2):161
3 B 威尔茨,李家熙等译. 原子吸收光谱法. 地质出版社,1985
4 杨啸涛等. 原子吸收分析中的背景吸收及其校正. 北京大学出版社,1989
5 孔祥瑞. 必需微量元素的营养生理及临床意义. 1982

Determination of Selenium in Food by Atomic Absorption Spectropometer with Modifier

Zhang Qi
(Centre Research and Design Institute)

Abstract Nickel (Ni) as a modifier was used in atomic absorption analysis food samples which can be ashed at higher temperature. The background noise was reduced. The accuracy and sensitivity of selenium detection improved respectively.

Key-words Selenium; Atomic absorption; Modifier