分光光度法测定红托竹荪中天然硒含量*

孙燕[1] 王玉珠[1] 陈宵[1] 龙汉武[2] 邹方伦[2] 潘高潮[1]

(1 贵州省山地资源研究所，贵州贵阳 550002；

2 贵州省生物研究所，贵州贵阳 550009)

【摘 要】:硒含量检测在食品、医药研究等方面具有重要意义。目前报道对食用菌硒含量检测的有香菇、木耳、金针菇等多个品种，方法较多，但红托竹荪硒含量测定未见报道。采用分光光度法测定红托竹荪天然硒含量，结果在 1.72mg/kg 左右，超出富硒农产品地方性标准，说明红托竹荪具有较强富硒能力。为红托竹荪富硒产品研究开发提供参考。

【关键词】:红托竹荪，分光光度法，硒含量，测定，结果讨论

【中图分类号】:Q93－33**【文献标识码】**:A**【文章编号】**:1003-6563(2017)03-0019-04

硒是人体生命必需的微量元素，有预防心血管疾病、抑制癌症、抗衰老等作用。硒具有敏锐的生物学效应，安全域值较窄，过高或过低都不利于健康，因此有关硒含量的检测在现代食品营养分析、临床医学研究等方面具有十分重要的意义[1]。食用菌在居民饮食中日益普及，对其硒含量有较多研究[7-21]]。目前报道的食用菌硒含量测定中，已包括香菇、木耳、金针菇等多个品种[7-8]。但红托竹荪硒含量测定还未见报道。红托竹荪作为贵州特色食用真菌，已经成为贵州食用菌主要栽培品种之一[3-6]，探讨其硒含量具有重要实用价值。本文以“硝酸－高氯酸”湿法消解样品，采用简便、快速的分光光度法，对红托竹荪中的硒含量进行了测定，并对测定结果进行了讨论。

1 实验仪器及材料

1.1 仪器

紫外可见分光光度计(ThermoND2000c 美国)；电子分析天平(DT100 北京光学仪器厂)；电热鼓风干燥箱；电热板；粉碎机。

1.2 样品

红托竹荪子实体(采自贵州红托竹荪原产地织金县)。

1.3 试剂材料(试剂均为分析纯，所用水均为蒸馏水)

硝酸、高氯酸、盐酸、混合酸(硝酸与高氯酸按 9∶1 体积混合)、氢氧化钠、乙二胺四乙酸二钠(EDTA－2Na)、二氨基联苯胺盐酸、硒、甲苯、PH 精密试纸。

2 操作步骤

2.1 硒标准储备液配制

称取 0.1000g 纯硒于 50mL 烧杯中，加入 10mL1∶1 硝酸溶液，加热使之溶解，冷却后移入 100mL 容量瓶中，用 1∶9 硝酸溶液(V 硝酸∶V 水=1∶9)稀释至刻度，每毫升含有 1.0mg 硒。使用时用水稀释 1000 倍，每毫升含 1μg 硒。

2.2 试样制备

2.2.1 预处理

样品用蒸馏水法洗去表面杂质，用干净纱布吸干表面水分，在 60℃干燥箱中烘干至恒重，在干燥器中冷却后，用粉碎机粉碎，储存在干燥器中备用。

2.2.2 消解

称取 2.0000g(精确至 0.001g)试样，置于消化瓶中，加入 10.0mL 混合酸及几粒玻璃珠，盖上表面皿在排风处冷消化过夜。次日于电热板上加热，并及时补加硝酸。当溶液变为清亮无色并伴有白烟时，再继续加热，不蒸干。冷却后再加 5.0mL 盐酸，继续加热至溶液变为清亮无色并伴有白烟出现，此时六价硒还原成四价硒。冷却后加入 5mL 水转移至 25mL 容量瓶中，以水少量多次冲洗消化瓶，洗液并入容量瓶中，加水至刻度定容，混匀备用。同时做空白实验。

2.3 标准曲线配制

准确移取每毫升含有 1μg 硒的标准溶液 0.0mL，1.0mL，3.0mL，5.0mL，7.0mL，分别置于分液漏斗中，加水至 35mL，分别加入 5%EDTA-2Na 溶液 1mL，再各加 4mL0.5%二氨基联苯胺溶液，摇匀静置，然后滴加氢氧化钠至 PH 为中性，加入 10mL 甲苯振摇 2min，静置分层。分别取上清液用分光光度计在 190nm－800nm 范围进行全波段扫描，于 419nm 处有最大吸收峰，选择 419nm 为工作波长，测其吸光值 A，用空白作对照，重复 3 次，每次对应吸光值 A1、A2、A3，取平均值，绘制标准曲线。

表 1　硒标准曲线测定结果(A419)

Tab. 1　Results of selenium standard curve determination (A419)

标样 3 次	硒含量/μg				
	0	1.0	3.0	5.0	7.0
A1	0	0.006	0.022	0.045	0.07
A2	0	0.005	0.021	0.045	0.07
A3	0	0.004	0.023	0.045	0.073
平均	0	0.005	0.022	0.045	0.071

从图 1 知，硒含量在 3μg－8μg 范围内，吸光值 A 与 Se(Ⅳ)含量之间呈良好的线性关系，以 419nm 处的吸光值 A 对硒含量进行线性回归，得到回归方程为:A=0.0123x－0.0153，R^2=0.9988。

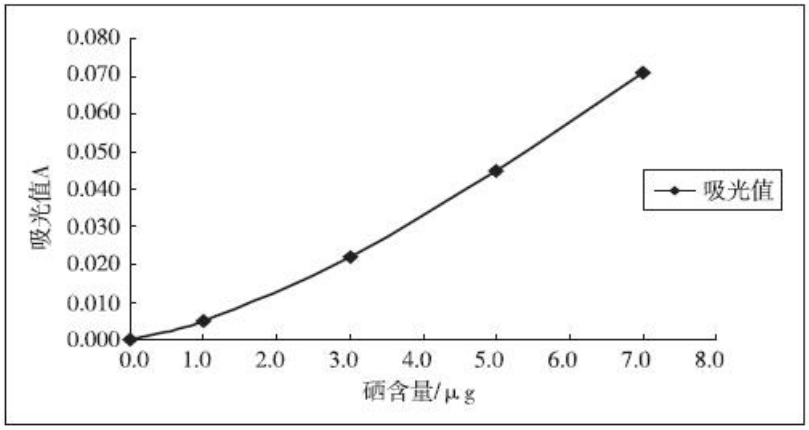

图 1　硒标准曲线(A419)

Fig. 1　Selenium standard curve(A419)

2.4 硒含量测定

准确吸取相当于样品 2g 的消化液于分液漏斗中，加水至 35mL。加入 5%EDTA 溶液 1mL，摇匀，以下按标准曲线操作。

3 结果和讨论

3.1 结果

根据样品的吸光值，从标准曲线回归方程得出相当的硒含量，再按公式:

硒(mg/kg)=相当于标准的μg 数/测定时相当于样品的重量(g)

计算出每千克单位红托竹荪的硒含量。

表 2　样品硒含量测定结果(A419)

Tab. 2　Determination results of selenium content in samples(A419)

样品 3 次	A419	样品硒含量/μg	换算硒含量/(mg/kg)
S1	0.028	3.520	1.76
S2	0.026	3.358	1.68
S3	0.027	3.439	1.72
平均	0.027	3.439	1.72
相对标准偏差/%			2.36

为了考察结果的准确性，计算分光光度计 3 次测得结果相对标准偏差 2.36%。重复测定 2.0000g(精确至 0.001g)试样，测定硒含量平均值是 1.81mg/kg，两次独立测定结果的绝对差值 0.09mg/kg，在 0～0.177(两次独立测量均值的 10%[20])mg/kg 范围以内，所以精密度满足要求，该测量方法可靠。

3.2 讨论

实验测得红托竹荪天然硒含量在 1.72mg/kg 左右，超出富硒农产品地方性标准 0.15mg/kg～1mg/kg[21]范围，说明红托竹荪有较强的富硒能力。此结果可为红托竹荪富硒产品的研究与开发、提高红托竹荪市场竞争力提供参考。

参考文献【REFERENCES】

［1］ 陈亮，李桃． 元素硒与人体健康［J］．微量元素与健康研究，2004，21(3) ： 58-59.

CHEN L，LI T． Element selenium and human body health［J］．Studies of Trace Element and Health， 2004， 21(3) ： 58-59.

［2］ 郭冬梅，蔺新英，邵丽华，等．硒的生物功能及测定方法研究［J］．微量元素与健康研究， 2005， 22(1)：55-57.

GUO D M，LIN X Y，SHAO L H，et al． Advances in studies on biological functions of selenium and its determination method［J］． Studies of Trace Element and Health， 2005， 22(1) ： 55-57.

［3］ 邹方伦． 贵州特色菌物和珍稀菌类的栽培与驯化研究［M］．贵阳：贵州科技出版社， 2007.

［4］ 潘高潮，龙汉武，何云松，等．玉米秸秆栽培红托竹荪的推广研究［J］．科学研究月刊， 2013， 67(4)：63-65.

［5］ 潘高潮，邹方伦．贵州红托竹荪化学成分研究［J］． 现代科学研究杂志，2013，41(7) ： 62－66.

［6］ 何云松，龙汉武，潘高潮，等．贵州红托竹荪菌种保藏方法及栽培研究［J］．中国食用菌， 2013， 32(2)：15-16 + 19.

HE Y S，LONG H W，PAN G C， et al． Research on strains preservation methods and cultivation of dictyophora rubrovolvata in Guizhou［J］． Edible Fungi of China， 2013， 32(2) ： 15 -16 + 19.

［7］ 梁英，张金艳．荧光法测定食用菌中痕量硒［J］．化学工程师，2001(2) ： 42-44.

LIANG Y，ZHANG J Y．The determination of selenium in edulis fungi by flourscence spectrophotometry[J]．Chemical Engineer，2001(2) ： 42-44.

［8］ 铁梅，臧树良，张崴，等． ICP-MS 测定食用菌中硒的方法研究［J］．光谱学与光谱分析， 2006， 26(3)：551-553.

［9］ 刘娟，焦华． 分光光度法测定大米中硒含量［J］．光谱实验室， 2012， 29(4) ： 2376-2379.

LIU J，JIAO H． Determination of selenium content in rice by spectrophotometry[J]． Chinese Journal of spectroscopy

Laboratory，2012， 29(4) : 2376-2379.

［10］ 刘有芹，王笑研. 大米中硒含量的测定［J］. 广东微量元素科学， 2008， 15(3) : 41-45.

LIU Y Q，WANG X Y. Determination of selenium in rice［J］. Guangdong Trace Elements Science， 2008， 15(3) : 41-45.

［11］ 胡庆兰，齐俊文. 原子吸收光谱法测定调味品中微量金属元素［J］. 湖北第二师范学院学报， 2015 ， 32(8) : 5-7.

HU Q L，QI J W. Determination of trace metals content in condiments by atomic absorption spectrometry［J］. Journal of Hubei University of Education， 2015 ， 32(8) : 5-7.

［12］ 王安琪，王新风，洪媛，等. 紫外分光光度法测定市售食用菌中硒含量［J］. 淮阴师范学院学报(自然科学版) ，2006，5(2) : 143-145.

WANG A Q，WANG X F，HONG Y，et al. The determination of selenium in edible fungi by ultraviolet spectrophometry［J］. Journal of Huaiyin Teachers College (Natural Science Edition) ，2006，5(2) : 143-145.

［13］ 李富. 紫外分光光度法测定微量元素硒［J］ . 微量元素与健康研究，1998， 15(1) : 56-62.

［14］ 刘庆堂，李瑞增，李坚. 紫外分光光度法测定龙胆中微量元素硒［J］. 广东药学， 2001， 11(6) : 30 32.

［15］ 谢秀红，李勇勤，何淑贤. 紫外分光光度法测定当归中硒含量［J］. 河北药学， 2000，6(6) : 568 569.

［16］ RAYMAN M P. The importance of selenium to human health［J］. The Lancet，2000，356(9) : 233 — 241.

［17］ ROTRUCK J T，POPE A L，GANTHER H E， et al. Selenium:biochemical role as a component of glatathione peroxidase［J］. Science， 1973， 179(40) : 588 — 590.

［18］ BECH M A. Selenium and host defense towards viruses［J］. Proceedings of the Nutrition Society，1999，58 (3) : 707 —711.

［19］ CANN S A，VAN NETTEN J P，NETTEN C. Hypothesis iodine selenium and the development of breast cancer［J］. Cancer Causes Control， 2000， 11(2) : 121 — 127.