

微分脉冲催化极谱法分析马铃薯中的硒

王 晴 王 静 马 莺

孙 涛

(东北农业大学中心实验室 150030)

(黑龙江省乳制品中心)

1 前 言

硒是人和动物生长发育过程中不可缺少的微量成分。作物中硒的含量则直接影响着人体的健康, 探求作物中硒含量对提高产品质量, 提高人类健康水平有着实际意义。对于作物中硒的分析方法, 一般多采用荧光分析法⁽¹⁾。近年来, 随着高精度分析仪器的的发展, 人们开始使用催化极谱法来分析硒。

此方法虽有报道, 但大都为矿石、合金、人发、血清、尿等样品中硒含量的分析⁽²⁾。本试验采用微分脉冲催化极谱法, 电化学分析系统 273A 型 (美国 EG&G Princeton Applied Research Corporation 1992 年出厂) 分析了马铃薯块茎中硒的含量。

实验证明: 用微分脉冲催化极谱法分析痕量硒具有灵敏度高、精密度和准确度高、分析速度快的特点。硒的回收率为 96.3%。检出极限: 0.1ng/ml。变异系

表 3 天池山一年之内小种变化情况

采样日期	菌样数	小种出现次数			
		1	3	4	1.3
94.5.6	2	1	2		
94.5.26	2	1	2	1	
94.6.26	2	2	2	2	2

4 问题及讨论

虽然所用的鉴定寄主不十分完全, 但由于所有的单基因鉴定寄主都具备, 并且对侵染 r 寄主、单基因寄主的病菌进行单孢子囊分离重复鉴定, 因而结果是可信的。

鉴定时所用的病菌宜采用不带主效基因的感病品种扩繁, 不宜用人工培养基扩繁, 因为在人工培养基上培养的病原菌, 其侵袭力有所下降, 使其感染的机会减少⁽⁴⁾。

在海拔 1500 米的花坪区以及 1000 米的

三岔区采的病原菌曾感染了单基因 R7 鉴定寄主, 但由于具有 7 特性的鉴定寄主植物不全, 难以确定是何生理小种, 这部分工作有待于今后继续进行, 但可以肯定具有 7 特性的小种是存在的。

参 考 文 献

- 1 黄河等, 适宜于 *Ph. infestans* 的一种液体合成培养基. 植物病理学报, 1963, 2
- 2 方仲达编. 植病研究方法. 农业出版社, 1979
- 3 Black W, Mastenbrock C, Mills, W R and Peterson L C. A proposal for an international nomenclature of races of *Phytophthora infestans* and of genes controlling immunity in *Solanum demissum* derivatives. *Enphytica*, 1953, 2(3):173~179
- 4 Black 著, 张文译. 晚疫病生理小种侵袭力和毒力. 马铃薯, 1980, 5

致谢: 南方马铃薯中心吴承金、黄大恩二同志协助部分工作, 特此致谢!

数: 2.43%。线性范围: 0.5~5ng/ml。

2 材料与方法

2.1 试验材料及样品制备

采用微分脉冲催化极谱法分析马铃薯块茎中的硒。

样品经烘干粉碎, 用硝酸—高氯酸 (5:2) 混合酸在 200℃ 电热板上消化, 破坏有机物, 使硒变为亚硒酸盐后, 即为样品消化液。

2.2 仪器设备与试剂

2.2.1 仪器

电化学分析系统 273A 型 (美国 EG&G Princeton Applied Research Corporation PARC 1992 年出厂);

303A SMDE 三电极系统;

恒温电热板。

2.2.2 仪器参数

工作电极: 选择 DME (滴汞电极);

参比电极: 选择 Ag—AgCl 电极;

起始电位: -0.600 伏;

终止电位: -0.864 伏。

2.2.3 试剂

硒的标准溶液: 准确称取 0.1000g 硒粉 (99.9%), 在水浴上用 5~10ml 硝酸溶解, 再加入高氯酸 3ml 蒸至刚冒白烟, 定量移入 1 升容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀, 储备液浓度为 0.1000mg/ml, 即 100ppm, 用时再逐级稀释;

高氯酸: 含量 70~72%;

硝酸: 含量 63~65%;

20% Na₂SO₃ 溶液: 现用现配, 配制时勿加热, 如连续使用, 应放阴凉处或冰箱中保存, 保存期 2 周;

3% KIO₃ 溶液: 称取 6g 碘酸钾用少量水溶解后加 40ml 氨水, 加水定容至 200ml;

混合底液: 50g 氯化铵与 5gEDTA 二钠盐溶于 300ml 水中, 再加入 200ml 氨水混匀。

以上试剂均为分析纯, 水为超纯水。

2.3 样品的制备

准确称取 20g 马铃薯于烧杯中, 放入烘箱烘干至恒重后粉碎, 向烧杯中加入硝酸—高氯酸 (5:2) 混酸溶液 20ml, 放在恒温电热板上加热消化。消化至样品呈亮绿色透明为止。否则需继续加入数毫升混酸消化, 蒸发至冒大量白烟, 溶液尽量蒸至小体积, 但不要蒸干, 以免硒损失或发生爆炸。将消化液转移至 15ml 容量瓶中定容。

2.4 定量方法

采用标准加入法。

2.5 极谱测定

分别吸 1.0ml 样品消化液于两支刻度试管中, 再吸一定体积标准品溶液加入其中一支试管中。然后分别向两支试管加 2 滴高氯酸, 加 2ml 2% Na₂SO₃ 溶液, 摇匀。再加 3ml 混合底液, 2ml 3% KIO₃ 溶液。加水定容至 15ml, 充分摇匀, 立即上机测定。加试剂的顺序不可颠倒。在 -0.8 伏左右有一清晰的极谱催化波。准确读出波高 (仪器自动读出), 打印出图谱。

计算样品的含硒浓度:

$$C = \frac{h \cdot V_s}{H(V + V_s) - hV} \cdot C_s$$

h ——体积为 V 时未知液的波高;

V_s ——加入标准溶液的体积;

C_s ——加入标准溶液的浓度;

H ——未知液加标准溶液的波高。

3 结果与分析

3.1 不同品种马铃薯块茎的硒含量

本实验分别对 4 个品种 (系) 的马铃薯块茎进行了硒含量的测定分析, 样品取自东

北农业大学, 测定结果列于表1中。

表1 不同品种马铃薯块茎的含硒量

品 种 (系)	硒 含 量 (ng/g)
克新4号	5.15
东农303	9.88
紫花白	9.54
5006	10.98

3.2 分析方法的线性范围、检测极限、测定的精密度及回收率

3.2.1 线性范围, 检测极限

用含硒量分别为 0.05、0.1、0.2、0.5、1、2、5、8、10ng/ml 标准溶液在相同条件下进行测定, 测得其波高 (μA), 用浓度对波高作图可知, 含硒量在 0.5~5ng/ml 范围内曲线呈良好线性关系。含量在 0.05mg/ml 未能检出, 其检测极限为 0.1ng/ml, 但此时浓度和波高已不呈线性。

3.2.2 精密度试验

对同一样品进行多次测定, 结果列于表2中, 根据多次分析结果求出变异系数 $C \cdot V\%$ 。

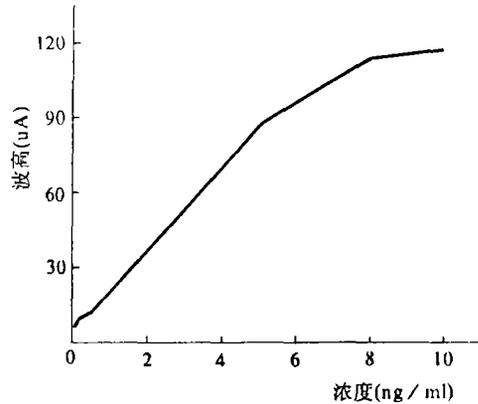


图 硒的标准溶液与波高关系图

3.3.3 回收率

硒的添加回收率见表3。

表2 硒的变异系数

品 种	测 定 值 (xi)						\bar{x}	$C \cdot V(\%)$
东 农 303	9.56	9.81	10.2	9.68	9.98	10.05	9.88	2.43

表3 硒的回收率

样 品	标准加入 硒量(ng)	平行样品 次 数	回收率(%)
东农303	100	3	96.3 ± 1.4

化极谱法分析马铃薯中的硒, 具有速度快、灵敏度和重复好等特点。可广泛应用于一些作物及蔬菜中痕量硒的测定分析。

参 考 文 献

- 1 王光亚等. 营养学报. 1985, 7 (1): 39~45
- 2 易紫兰等. 华中工学院学报. 1985, 13 (3): 125~130

4 结 论

由上述试验结果得知: 采用微分脉冲催