

# 石墨炉原子吸收光谱法测定茶多酚中铅

唐 森 富

(中国科学院福建物质结构研究所 福州市杨桥西路 155 号 350002)

**摘 要** 采用石墨炉原子吸收光谱法测定茶多酚中铅。磷酸二氢铵和硝酸镁作为混合基体改进剂, 可提高灰化温度, 消除基体干扰。方法简便快速, 结果准确。相对标准偏差为 3.2%, 回收率为 103%, 检出限为 0.11 mg/kg。

**关键词** 石墨炉原子吸收光谱法, 茶多酚, 铅。

中图分类号: O 657.31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2007)02-0113-03

## 1 前言

茶多酚(Tea Polyphenol)是以茶叶为原料, 经提取而精制的以儿茶素为主体成分, 由儿茶素(黄烷醇类)、黄酮及黄酮醇类、花色素类和酚酸及缩酚酸类多酚化合物的复合体。它具有较强的抗氧化活性, 应用正日益广泛<sup>[1]</sup>。近年来, 由于环境的恶化, 茶叶中的铅污染日益为人们所关注, 在 1999 年, 中国农业科学院茶叶研究所对该年参加“中茶杯”评比的 259 种茶叶进行测定, 结果超标的(按 2mg/kg 标准计)占 8.41%, 低于 1mg/kg 的占 63.7%, 低于 0.5mg/kg 的占 39%, 存在一定程度铅含量超标<sup>[2]</sup>。茶多酚在食品和医疗保健等方面得到广泛应用, 目前我国还没有制定茶多酚检测的国家标准方法, 因此, 必需建立茶多酚中重金属污染的检测方法。茶叶中铅的分析测定报道较多<sup>[3,4]</sup>, 而茶叶提取物茶多酚中铅的分析测定未见报道。本文采用石墨炉原子吸收光谱法, 以磷酸二氢铵和硝酸镁作为混合基体改进剂, 对茶多酚中铅进行微量分析测定。本法简便快速, 结果准确, 灵敏度高, 稳定性好。

## 2 实验部分

### 2.1 主要仪器和试剂

Z5000 型原子吸收分光光度计; HGA 500 型石墨炉控制器; A S40 自动进样控制器(均为美国 PE 公司); 铅空心阴极灯; Milli-Q 型超纯水系统(美国 Millipore 公司)。

铅标准储备液(1mg/mL): 准确称取光谱纯硝酸铅 0.1598g, 加入 1mL 硝酸, 加盐溶解, 转入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。

基体改进剂: 1% 磷酸二氢铵(光谱纯)与 0.05% 硝酸镁(GR)的混合液。

盐酸、硝酸均为优级纯。

实验用水为超纯水。

联系人, 电话: (0591) 83704905; E-mail: tsf@fjirsm.ac.cn

作者简介: 唐森富(1963—), 男, 福州市人, 工程师, 主要从事原子光谱分析的研究和应用。

收稿日期: 2006-08-17; 接受日期: 2006-11-10

## 2.2 仪器工作条件

波长 283.3nm; 光谱通带 0.7nm; 灯电流 10mA; 进样体积 20 $\mu$ L; 基体改进剂 20 $\mu$ L; 采用塞曼扣除背景。石墨炉工作条件, 见表 1。

表 1 石墨炉工作条件

升温步骤	温度 ( $^{\circ}$ C)	升温时间 (s)	保持时间 (s)	氩气流量 (mL/min)
干燥	110	10	30	300
灰化	900	10	20	300
原子化	1800	0	5	0
净化	2600	1	2	300

## 2.3 实验方法

称取茶多酚样品 0.2000g 于容器中, 加入适量水溶解, 定容于 50mL 容量瓶中, 根据溶液中含铅量, 适当稀释供上机测定。在仪器测定时, 将样品溶液与基体改进剂分别置于不同的容器杯中。

在仪器的最佳工作条件下, 将铅标准溶液适当稀释到合适的浓度(2—70 $\mu$ g/L), 不同浓度的铅标准溶液分别测定其吸光度, 以浓度对吸光度绘制校准曲线。

## 3 实验结果与讨论

### 3.1 石墨管性能的比较

石墨管受其材质、涂层与否等因素影响, 不同厂家生产的石墨管由于材质、制作工艺的不同, 其测试灵敏度相差很大。实验比较几种石墨管, 进口的热解涂层石墨管成本高, 考虑性能与成本, 选用国产的热解涂层石墨管, 有较高的灵敏度和良好的信噪比, 能满足要求。

### 3.2 灰化温度与原子化温度的选择

在灰化温度选择时, 不加磷酸二氢铵和硝酸镁混合基体改进剂, 铅的灰化温度仅有 450 $^{\circ}$ C 或更低。加入磷酸二氢铵和硝酸镁混合基体改进剂, 铅的灰化温度可提高到 900 $^{\circ}$ C, 有利于消除基体干扰。

在原子化温度选择时, 不加磷酸二氢铵和硝酸镁混合基体改进剂, 铅的原子化温度有 2000 $^{\circ}$ C 或更高。加入磷酸二氢铵和硝酸镁混合基体改进剂, 铅的原子化温度可降到 1800 $^{\circ}$ C, 不仅克服基体干扰, 而且可降低原子化温度, 延长石墨管的使用寿命。

### 3.3 共存元素的影响

文献[5]曾报道, 按含量高低顺序依次含有 K、Mg、Ca、Fe、Al、Zn、Ni 等金属及干扰情况。本文使用磷酸二氢铵和硝酸镁混合基体改进剂, 试验了 10 多种离子对 20 $\mu$ g/L Pb 的干扰情况, 结果表明: 10% 的 HNO<sub>3</sub>; 500mg/L 的 Na、K、Ca; 200mg/L 的 Zn、Mg、Mn、Mo; 100mg/L 的 Fe、Cu、Al、Co、Ni 对 20 $\mu$ g/L Pb 无干扰。

### 3.4 回收率和精密度实验

结果见表 2。

表 2 方法的回收率和精密度

(n=8,  $\mu$ g)

元素	茶多酚中原有量	加入量	测定值	回收率(%)	RSD(%)
Pb	0.150	0.3	0.464	103	3.2

## 参考文献

- [1] 杨贤强, 王岳飞, 陈留纪等著. 茶多酚化学[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 2003
- [2] 陈宗懋, 吴洵. 关于茶叶中的铅含量问题[J]. 中国茶叶, 2000, 22(5): 3
- [3] 唐森富. 原子吸收光谱法测定茶叶中铅的研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2004, 14(8): 44

[4] 王欣, 崔志敏. 茶叶中微量铅的测定[J]. 广东化工, 2004, (6): 19.

[5] Alan C, Erno P. Determination of Fomal Complex Formation Constants of Various  $Pb^{2+}$  Ionophores in the Sensor Membrane Phase[J]. *Anal. Chim. Acta*, 1999, 395(1—2): 41—52.

## Determination of Lead in Tea Polyphenol by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry

TANG Sen-Fu

(Fujian Institute of Research on Structure of Matter, The Chinese Academy of Sciences, Fuzhou 350002, P. R. China)

**Abstract** The amount of Pb in tea polyphenol was determined by graphite furnace atomic absorption spectrometry with  $NH_4H_2PO_4$  and  $Mg(NO_3)_2$  as matrix modifier, which enhance the ash temperature and eliminate the matrix interference. The method is rapid, simple and accurate with relative standard deviation of 3.2%, recovery of 103% and detection limit of 0.11 mg/kg.

**Key words** Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry, Tea Polyphenol, Lead

### 本刊论文发表的正常周期: 2—8 个月 ——您的发明创造得到“优先权”荣誉的必要保障

缩短论文发表周期, 是尽早实现学术论文的社会效益的前提, 也是作者创造性劳动得到尊重、为其在世界上取得“优先权”荣誉的必要保障, 因为发明创造的“优先权”通常是以出版时间为准的。因此, 本刊在严格保证质量的条件下, 把尽快发表作者的论文, 视为自己的神圣职责。

来稿要符合“《光谱实验室》投稿须知”(见本刊 1994—2003 年每年第 1 期)、特别是其中第 4—7 项要求, 做到“齐、清、定”。“齐”即全稿包括表、图和照片等齐全, 符合本刊对稿件的各项要求; “清”即书写清楚, 段落分明, 便于排版和校对; “定”即做到稿件内容完整, 在排校过程中无须增删修改)是保证论文质量不可缺少的条件。如果您希望论文早日发表(如 2—8 个月), 请务必按“须知”写稿。

如果来稿附有同行专家评语及单位推荐信, 论文还可以更快发表(0.5—2 个月)。

来稿请用 Word 或北大方正排版, 用电子邮件发到本部电子信箱[Email: 1) gpsys@263.net; 2) gpsys81@citiz.net; 3) gpss@chinajournal.net.cn; 4) gpsys@periodicals.net.cn]。为避免某一电子信箱的服务器发生故障而延误收稿, 建议作者向本刊几个信箱同时发送电子邮件, 并请作者发了邮件后, 打电话通知编辑部, 以便及时查询; 在尚未开通电子邮件业务的情况下, 作者也可向本刊投稿处直接邮寄纸质稿件两份。稿件邮寄地址: 北京市 81 信箱 66 分箱《光谱实验室》编辑部联络处 刘建林, 100095。

本刊收到作者来稿后, 都会及时(1—3 日)回信, 并发出“关于收到稿件的通知”。因此, 作者发送稿件后 10 日以上都没有消息, 一定要及时来电查询。

一篇论文出版, 常常需要反复沟通“作者—编辑部—审者—编辑部—作者”之间的联系, 其中与作者的联系是最重要的一环, 一旦脱节, 必然中断编辑过程。因此作者来稿时, 务必将联系人的详细地址、办公室和家中的电话、手机号码、传真号码和电子信箱等(通讯方式要尽可能全)告诉编辑部, 以便能与您及时联系。否则, 由此而耽误出版由作者自己负责。

《光谱实验室》编辑部