

火焰原子吸收光谱法和原子荧光光谱法 测定茶叶中的微量元素

范宝磊 张健^a

(贵州铜仁学院生物科学与化学系 贵州省铜仁市清水大道 17 号 554300)

^a(贵州省地矿局 103 地质队分析测试中心 贵州省铜仁市 554300)

摘 要 采用微波消解-火焰原子吸收光谱法和原子荧光光谱法同时测定了贵州梵净山茶叶中 14 种微量元素含量, 方法简单、准确、迅速, 有助于全面、迅速的了解茶叶中微量元素的含量, 对于茶叶品质鉴定和指导合理科学饮茶等方面有重要意义。

关键词 原子吸收光谱法; 原子荧光光谱法; 茶叶; 微量元素

中图分类号: O 657. 31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2010)03-1008-04

1 引言

茶叶是世界上天然传统饮料之一, 中国是茶的故乡, 有 5000 多年的栽茶史, 孕育了极其丰富的茶树品种资源^[1]。茶叶的保健作用是其他饮料无可比拟的, 茶叶中除了富含茶多酚、咖啡碱等有机成分外, 还富含多种人体必需微量元素^[2], 它们具有明显的降血脂、降血糖、抗癌防衰、抗辐射等营养保健作用^[3]。对茶叶^[4]中微量元素, 特别是一些营养元素或有害元素的测定, 很有重要性^[5]。《印江志》记载: 明永乐年间梵净山绿茶被列为朝廷“贡品”。第三届、第四届中国农业博览会认定“梵净翠峰”为国家级名牌产品。中国乡镇企业出口商品展览会认定“金奖”。本文采用微波消解^[6]-火焰原子吸收光谱法和原子荧光光谱法^[7]测定贵州梵净山茶叶中 14 种微量元素, 全面、准确、迅速的了解茶叶中微量元素的含量, 有助于茶叶品质鉴定, 对于推动铜仁梵净山乃至中国茶产业发展具有十分重要的现实意义。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

2.1.1 仪器

GGX-9 型原子吸收分光光度计(北京地质仪器厂); AFS-2000 型双道原子荧光光度计(北京科创海光仪器有限公司); MD 6C-4H 微波消解系统(北京盈安美诚科学仪器有限公司); AX-200 电子分析天平(日本岛津公司); Fe、Mn、Cu、Na、K、Zn、Pb、As、Sb、Cr、Co、Ni、Ca、Mg 空心阴极灯(北京地质仪器厂); New Human POWER II 超纯水机(韩国 Human Corporation)。

铜仁学院基金项目 Tr200803; 贵州省教育厅重点项目(黔教科 2008096)

联系人, 手机: (0)13658565632; E-mail: fanbl-1980@webmail.hzau.edu.cn

作者简介: 范宝磊(1980—), 男, 山东省招远市人, 讲师, 硕士, 主要从事有机农业和农药作用机理研究工作。

收稿日期: 2009-10-02; 接受日期: 2009-10-31

2 1 2 试剂与样品

HNO₃ (优级纯); H₂O₂ (30% , 分析纯); 14 种元素Fe、Mn、Cu、Na、K、Zn、Pb、As、Sb、Cr、Co、Ni、Ca、Mg 标准溶液(核工业北京化工冶金研究院)配制成所需的系列浓度。所有实验用水均为超纯水。

样品来自印江县净团茶叶公司生产的梵净山有机茶和普通绿茶。

2 2 实验方法

2 2 1 仪器工作条件

根据以往工作经验, Fe、Mn、Cu、Na、K、Zn、Pb、Cr、Co、Ni、Ca、Mg 用火焰原子吸收光谱法; As、Sb 用原子荧光光谱法(As、Sb 分析谱线波长较短, 在茶叶中含量很少, 用原子荧光光谱法测定灵敏度高, 检出限低, 准确度高), 仪器工作条件见表 1 和表 2。

表 1 火焰原子吸收光谱法的测定条件

| 测定方法 | 元素 | 波长 (nm) | 光谱通带 (nm) | 灯电流 (mA) | 载气流速 (L · min ⁻¹) | 乙炔流速 (L · min ⁻¹) | 空气流速 (L · min ⁻¹) | 燃烧器高度 (mm) |
|------|----|------------|--------------|-------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|---------------|
| FAAS | Fe | 248.3 | 0.2 | 6 | 3 | 2.3 | 10 | 8 |
| FAAS | Mn | 279.5 | 0.2 | 5 | 3 | 2.0 | 10 | 8 |
| FAAS | Cu | 324.8 | 0.2 | 4 | 3 | 2.0 | 10 | 8 |
| FAAS | Na | 766.5 | 0.2 | 5 | 3 | 2.0 | 10 | 8 |
| FAAS | K | 589.0 | 0.2 | 5 | 3 | 2.0 | 10 | 8 |
| FAAS | Zn | 213.8 | 0.2 | 5 | 3 | 2.0 | 10 | 8 |
| FAAS | Cr | 248.3 | 0.2 | 5 | 3 | 2.5 | 10 | 8 |
| FAAS | Co | 240.7 | 0.2 | 5 | 3 | 2.5 | 10 | 8 |
| FAAS | Ni | 232.0 | 0.2 | 5 | 3 | 2.0 | 10 | 8 |
| FAAS | Ca | 422.7 | 0.2 | 5 | 3 | 2.0 | 10 | 8 |
| FAAS | Mg | 283.3 | 0.2 | 6 | 3 | 2.0 | 10 | 8 |
| FAAS | Pb | 285.2 | 0.2 | 5 | 3 | 2.0 | 10 | 8 |

表 2 双道原子荧光光谱法的测定条件

| 测定方法 | 元素 | 波长 (nm) | 光谱通带 (nm) | 灯电流 (mA) | 载气流速 (mL · min ⁻¹) | 屏蔽气流速 (mL · min ⁻¹) | 燃烧器高度 (mm) | 负高压 (V) |
|------|----|------------|--------------|-------------|-----------------------------------|------------------------------------|---------------|------------|
| FAFS | As | 193.7 | 0.2 | 60 | 300 | 700 | 9 | 300 |
| FAFS | Sb | 217.6 | 0.2 | 60 | 300 | 700 | 9 | 300 |

2 2 2 样品预处理

将茶叶样品烘干、磨细、过 40 目筛。准确称取 0.5000g 样品于 100mL 消解罐中, 每一样品平行取 3 份, 加入 6mL HNO₃ 浸泡 30min, 加入 2mL 30% H₂O₂, 塞好消化罐放入微波炉中。于 250W 消解 10min, 停止反应 5min; 然后调至 450W 消解 5min, 650W 消解 5min。冷却后, 打开消解罐在 120 电热板上加热蒸发, 蒸至近干转入 50mL 容量瓶用超纯水定容并摇匀, 作为供试品溶液, 同时做试剂空白。按火焰原子吸收工作条件测 Fe、Mn、Cu、Na、K、Zn、Pb、Cr、Co、Ni、Ca、Mg 含量。As、Sb 的消解及微波条件: 每份准确称取 0.5000g 样品, 置于消解罐中用少量水润湿, 分别加入 3mL 浓 HNO₃ 和 7mL H₂O 后同上操作按原子荧光光谱条件测定 As、Sb 含量。

2 2 3 校准曲线的绘制

分别准确吸取一定量的标准溶液, 用 0.2% HNO₃ 稀释为 5 个不同浓度的工作液, 按表 1 仪器工作条件, 测定吸光度, 绘制校准曲线, 各元素的回归方程和相关系数见表 3。

表 3 回归方程及相关系数

| 元素 | 线性回归方程 | 相关系数(<i>r</i>) |
|----|-----------------------------|------------------|
| Fe | $y = 0.053x - 0.002$ | 0.9995 |
| Mn | $y = 0.113x + 0.174$ | 0.9995 |
| Cu | $y = 0.293x + 0.002$ | 0.9939 |
| Na | $y = 0.269x + 0.026$ | 0.9945 |
| K | $y = 0.169x + 0.001$ | 0.9943 |
| Zn | $y = 0.574x + 0.011$ | 0.9899 |
| Cr | $y = 0.016x - 0.001$ | 0.9998 |
| Co | $y = 0.118x + 0.001$ | 0.9972 |
| Ni | $y = 0.139x + 0.001$ | 0.9993 |
| Ca | $y = 0.026x + 0.003$ | 0.9997 |
| Mg | $y = 0.147x + 0.009$ | 0.9912 |
| Pb | $y = 0.020x - 0.008$ | 0.9934 |
| As | $If = 3301.456C + 513.641$ | 0.9978 |
| Sb | $If = 31548.920C + 310.282$ | 0.9935 |

3 结果与讨论

3.1 样品分析结果

样品按上述处理方法进行预处理后,按实验方法进行测定,测定 3 次,取平均值,其结果见表 4。

表 4 梵净山茶叶中微量元素含量 (mg · kg⁻¹)

| | Fe | Mn | Cu | Na | K | Zn | Pb |
|------|------|-------|-------|------|------|-------|------|
| 有机茶 | 82.5 | 310 | 9.0 | 58 | 280 | 49 | 0.70 |
| 普通绿茶 | 73.5 | 340.5 | 10.5 | 66 | 282 | 51 | 0.80 |
| | Cr | Co | Ni | Mg | Ca | As | Sb |
| 有机茶 | 9.5 | 0.5 | 13.50 | 1423 | 3535 | 0.036 | 0.16 |
| 普通绿茶 | 9.0 | 0.2 | 12.50 | 1819 | 3296 | 0.055 | 0.19 |

从表 4 中可以看出,梵净山茶叶中微量元素丰富,14 种微量元素的含量符合文献中的数据^[8],有机茶和普通绿茶差别不大。对人体有益的微量元素含量丰富,而对人体有害的 Pb、Cu 等微量元素含量低于有机茶农业部行业标准 NY 5196-2002^[9]。

3.2 精密度和回收率实验

将茶叶样品按 2.2.2 节所述方法平行处理 5 份,进行精密度实验;另取茶叶样品加入各种元素标准溶液,计算回收率,结果见表 5。

表 5 茶叶样品中各元素含量及精密度、回收率测定结果 (n = 5)

| 元素 | 样品含量 (mg) | 加入量 (mg) | 测出总量 (mg) | 回收率 (%) | RSD (%) |
|----|--------------|-------------|--------------|------------|------------|
| Fe | 82.5 | 100 | 180.5 | 98.9 | 1.6 |
| Mn | 310 | 350 | 658 | 99.7 | 4.2 |
| Cu | 9.0 | 10 | 18.5 | 97.4 | 3.5 |
| Na | 58 | 60 | 116 | 98.3 | 1.9 |
| K | 280 | 300 | 576 | 99.3 | 5.2 |
| Zn | 49 | 50 | 100 | 101.0 | 3.6 |
| Cr | 9.5 | 10 | 18.9 | 96.9 | 4.9 |
| Co | 0.5 | 0.5 | 0.97 | 97.0 | 3.2 |
| Ni | 13.5 | 15 | 27.8 | 97.5 | 1.9 |
| Ca | 3535 | 3540 | 7070 | 99.9 | 4.9 |
| Mg | 1423 | 1500 | 2925 | 100.1 | 3.6 |
| Pb | 0.70 | 1 | 1.65 | 97.1 | 2.8 |
| As | 0.036 | 0.5 | 0.53 | 98.9 | 4.1 |
| Sb | 0.16 | 0.5 | 0.65 | 98.5 | 4.5 |

结果表明,测定方法的回收率在 96.9%—101.0% 之间,相对标准偏差(RSD)小于 5.2%,具有

比较好的准确度和精密度。

4 结论

微波消解-火焰原子吸收光谱法和原子荧光光谱法测定了茶叶中 14 种微量元素, 全面、准确、迅速的了解了贵州梵净山茶叶中微量元素的含量, 为茶叶品质的鉴定提供依据。

参考文献

- [1] 马戈, 谢文兵 横向加热石墨炉原子吸收光谱法测定茶叶中铅和镉[J]. 光谱学与光谱分析, 2003, 23(6): 1183—1184
- [2] 贾宏育, 葛嘉峰, 史经杰 中药微量元素的研究概述[J]. 中医药学报, 1996, (2): 62—63
- [3] 王建森, 席改卿, 刘树明 火焰原子吸收光谱法测定甘草中的铁、锌、锰[J]. 光谱实验室, 2005, 22(1): 90—91
- [4] 肖谷清 微波消解-原子吸收光谱法测定茶叶和栽培土壤中的微量元素[J]. 光谱实验室, 2006, 23(3): 493—495
- [5] Cao Q Z, L in Z B. Antitumor and Antiangiogenic Activity of Ganodema Lucidum Polysaccharides Peptide[J]. Acta Pharm. Sin., 2004, 25(6): 833—838
- [6] 施家威, 金永高 氢化物发生-原子荧光法测定化妆品中砷、汞、铅、硒[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, (11): 42—44
- [7] 乔英, 丁艳霞, 董学畅等 原子吸收和原子荧光光谱法测定灵芝中的重金属含量[J]. 云南民族大学学报(自然科学版), 2006, 15(4): 315—317
- [8] 季桂娟, 刘女幸 X 射线荧光光谱法直接测定茶叶中 22 种元素[J]. 冶金分析, 2000, 20(2): 60—61
- [9] 无公害食品标准汇编 有机茶叶标准[S]. NY 5196-2002 北京: 中国标准出版社, 2002 385—390

Determination of Trace Elements in Tea by FAAS and FAFS

FAN Bao-Lei ZHANG Jian^a

(Department of Biochemistry of Tongren College, Tongren, Guizhou 554300, P. R. China)

^a(The Analysis Center of 103 Geological Team of Guizhou Province, Tongren, Guizhou 554300, P. R. China)

Abstract 14 kinds of trace element content in Fanjing Guizhou tea were simultaneously determined by the microwave digestion FAAS and FAFS. The method is simple, accurate and rapid, therefore, it is very helpful to know the element content of tea comprehensively and rapidly, and it is very important to regard the quality appraisal of tea and instruct to drink tea reasonably.

Key words FAAS; FAFS; Tea; Trace Elements

过期《光谱实验室》期刊免费赠送启事

本部尚有一些过期(2007 及以前)的期刊, 凡同行中有需要者均可免费赠送, 但邮费(含包扎费和人工费)自付, 每 6 本(不同期)为 1 个单元, 约重 2.0—2.5 kg, 收费(可用邮票支付)15 元。

有意者请来信告知收件人姓名及详细地址, 同时将邮票放在信封中挂号寄来。

联系地址: 北京市延庆石河营东街 10 号楼 201 室《光谱实验室》编辑部 何 霜, 邮政编码: 102100, 电话: (010) 52513126。

《光谱实验室》编辑部