

ICP-AES 测定 7 种花茶中 8 种微量元素的含量和溶出率

汤长青¹ 朱芳坤^a

(济源职业技术学院冶金化工系 河南省济源市学苑路 454650)

a(河南科技学院化学化工学院 河南省新乡市华兰大道 453003)

摘要 采用微波消解样品, 电感耦合等离子体-原子发射光谱法测定了金银花、玫瑰茄、玉蝴蝶、仙人掌、菊花、薰衣草、腊梅等 7 种花茶中 Fe、Mn、Cu、Zn、Ni、Cr、Cd 和 Pb 等元素的含量及其溶出率。结果表明, 花茶中 Fe 含量较高, 重金属 Cr、Cd 和 Pb 含量普遍较低, 花茶中 Cu、Zn、Mn 和 Ni 的溶出率相对较高, Fe 的溶出率较低, 有害的重金属 Cd、Pb 和 Cr 的溶出率很低, 此测定结果可为探讨花茶的保健作用与微量元素的相关性提供科学数据。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法; 花茶; 微量元素; 溶出率

中图分类号: O657.31

文献标识码: A

文章编号: 1004-8138(2010)04-1415-04

1 引言

饮茶是世界范围内的消费行为和健康习惯, 其中花茶又以沁人心脾的特殊花香和独特的保健功效而受到人们的青睐^[1]。如菊花茶味甘苦, 性微寒, 有散风清热、清肝明目和解毒消炎等作用。对口干、目涩, 或由风、寒、湿引起的肢体疼痛、麻木等疾病均有一定的疗效, 主治感冒风热, 头痛病等。腊梅花茶具有解暑生津、开胃散郁、解毒生肌、顺气止咳等功效, 主治暑热头晕、呕吐、热病烦渴、气郁胃闷、咳嗽等症。近年来, 随着人民生活水平的提高和茶饮品市场的扩大, 尤其是对外出口的增长等, 对茶类质量品质监控的重要性与日俱增, 故对于花茶中多种元素含量特别是有害金属元素含量的监测成为其中的一个重要内容。

现代科学研究已证明特定状态的微量元素是维持健康和防病治病的必要条件之一, 微量元素是中药归经和药性物质基础的重要组成部分^[2]。长期以来, 人们对茶饮品有效成分研究偏重于有机成分, 随着对保健食品成分的深入探讨, 无机成分尤其是微量元素日益被人们所重视。微量元素是人体生长发育和健康长寿的重要保障, 微量元素的保健功效越来越得到人们的重视。随着医药学、营养学和食品科学的发展, 产生了许多微量元素的补充方法^[3], 但是最经济有效的微量元素补充方法还是食补, 所以研究花茶中微量元素的含量及溶出率对于人类健康意义重大。另外, 当前食品研究的另一个热点是“食品安全”, 食品安全的重点研究内容之一就是重金属, 它在人体内代谢缓慢, 容易积累, 对人体危害极大^[4]。本文采用微波消解-等离子发射光谱法对 7 种常见的花茶中的 Mn、Fe、Zn、Cu、Ni、Cr、Cd、Pb 等 8 种微量元素含量和溶出率进行了测定, 为探讨花茶的多种保健作用以及新产品的开发, 花茶的质量控制提供科学依据。

¹ 联系人, 手机: (0) 13938178390; E-mail: fwxiu@yahoo.com.cn

作者简介: 汤长青(1965—), 男, 河南省济源市人, 副教授, 主要从事应用化学的教学和研究工作。

收稿日期: 2009-11-10; 接受日期: 2009-12-01

2 实验部分

2.1 材料与仪器

Fe、Zn、Mn、Cu、Ni、Cr、Cd 和 Pb 的标准溶液: 由国家钢铁材料测试中心, 钢铁研究总院提供的多元素混合标准溶液, 各元素的浓度为 $1000\text{Lg} \cdot \text{mL}^{-1}$; HNO_3 (优级纯); HClO_4 (优级纯)。实验用水为石英亚沸蒸馏水。

XT-9912 型智能微波化学工作站(上海新拓分析仪器科技有限公司); Optima 2100 DV 电感耦合等离子体原子发射光谱仪(美国 PE 公司); 等离子体系统: 等离子体侧向-轴向双观察系统; 光学系统: 中阶梯光栅双光路二维色散分光系统, 分辨率小于 0.003nm (200nm 处); 工作方式: 光谱直读, 顺序多元素同时测定; 雾化系统: 正交雾化器。仪器工作条件如表 1 所示。

表 1 ICP-AES 工作条件

射频功率 (kW)	雾化器流量 ($\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$)	辅助气流量 ($\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$)	冷却气流量 ($\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$)	观察方向	溶液提升量 ($\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$)
1.2	0.8	0.2	15	轴向	1.5

2.2 样品来源

花茶样品包括金银花、玫瑰茄、玉蝴蝶、仙人掌、菊花、薰衣草、腊梅等 7 种, 以上材料均购于新乡市胖东来超市茶饮品专柜。

2.3 实验方法

2.3.1 样品处理

将所选 7 种花茶快速用自来水冲洗干净, 再用蒸馏水漂洗, 置于电热鼓风干燥箱中, 在 $55\text{—}65^\circ\text{C}$ 烘干, 用微型植物试样粉碎机粉碎后过 80 目筛, 将过筛后的粉末用滤纸包裹好, 贮于干燥器中备用。

准确称取样品 0.3000g 各 3 份于微波消解罐中, 加硝酸 8mL 、高氯酸 1mL , 静置过夜, 按照表 2 设定程序进行消解。消解结束后, 将消解液转入 100mL 烧杯中, 在可调试电热板上蒸酸至白烟冒尽, 溶液澄清透亮近干, 冷却, 用 2% 硝酸定容至 10mL 的容量瓶中, 同时制作空白。

2.3.2 样品测定

按表 1 所列仪器的工作条件, 用 ICP-AES 测定样品溶液中 Mn、Fe、Zn、Cu、Ni、Cr、Cd、Pb 等 8 种微量元素含量。

2.3.3 花茶中微量元素的溶出实验

称取 2.0000g 花茶样品于 100mL 烧杯中, 向烧杯中加入 30mL 100°C 蒸馏水, 在电炉上加热保持微沸 20min 后过滤, 将滤液蒸至 $2\text{—}3\text{mL}$ 后移入消解罐中按 2.3.1 的方法对溶出液进行消解, 用 ICP-AES 测定溶出液中微量元素的含量, 计算微量元素的溶出率。

表 2 微波消解程序

阶段	压力(MPa)	温度($^\circ\text{C}$)	时间(s)	功率(W)
1	0.8	150	100	1300
2	1.0	180	240	1300
3	1.5	200	360	1300
4	2.0	200	600	1300

3 结果与讨论

3.1 分析波长的选择

采用 ICP-AES 测定花茶中微量元素的含量, ICP-AES 对每个元素的测定都可以同时选择多条特征谱线, 一般在实验中选择共存元素谱线干扰少、精密度好和信噪比高的谱线, 本实验选定的各元素分析谱线波长见表 3。

表 3 元素分析谱线波长

元素	Mn	Fe	Zn	Cu	Ni	Cr	Cd	Pb
波长(nm)	257.6	238.2	206.2	327.4	231.6	267.7	226.5	220.4

3.2 消解试剂

采用浓 HNO₃ 及 HClO₄ 混酸作为微波消解试剂。浓硝酸具有强酸性和强氧化性, 是理想的微波消解试剂。为了完全消解复杂的花茶样品, 需要加入强氧化剂, 并进行预消解。本实验采用硝酸和高氯酸混酸比仅加入浓硝酸时的消解效果明显得到了改善。因此采用混酸消解。

3.3 回收率和精密度试验

准确称取约 0.3000g 经过处理的金银花茶样品 10 份, 样品经过微波消解处理后, 其中 5 份作回收率试验, 另外 5 份直接定容, 测定样品中各元素的含量, 计算回收率和精密度。8 种元素的平均回收率在 92.0%—106.0% 之间, 相对标准偏差(RSD) 小于 3.96%, 表明分析方法准确可靠。

3.4 样品分析

按上述方法测定了 7 种花茶中 Cu、Zn、Fe、Mn、Ni、Cd、Cr、Pb 等 8 种微量元素的含量及微量元素的溶出率, 测定结果见表 4。

3.5 元素的含量及溶出特性

从表 4 可以看出, 7 种花茶中人体必需的微量元素 Cu、Zn、Fe、Mn 含量丰富, 7 种花茶(除玫瑰茄外) 中铁含量最高, 铜含量相对较低。与海南苦丁茶和绿茶相比^[5], 花茶中 Fe 含量更高, 锰含量较低; 测定结果表明 Fe 元素在花茶中的富集性较高, Fe、Mn、Zn、Cu 是重要的生命元素, 是构成生命体中许多重要酶的组分, 富含这些元素应对构成花茶的功效起到关键的作用。茶类当中微量元素含量相关的国家和行业标准较多, 其规定大同小异, 根据我国农业部制定的标准(标准号 NY 659-2003) 对 Cd 和 Cr 的限量不能超过 1.0Lg·g⁻¹ 和 5.0Lg·g⁻¹, 本次测定样品除腊梅的 Cd 含量超标, 其余全部合格。此外农业部发行的标准(无公害食品-茶叶, 标准号 NY 5244-2004) 规定, 茶类中的 Pb 含量不能超过 5.0Lg·g⁻¹, 所测的 7 种花茶中腊梅的 Pb 含量超标, 其他均合格。现存的各项茶类标准均未对 Zn、Fe、Mn 和 Ni 的含量进行限制, Cu 虽然是对人体有益的元素, 但是农业部制定的标准(有机茶标准号 NY 5196-2002) 还是规定 Cu 的含量不能超过 30Lg·g⁻¹, 本次测定的样品除玉蝴蝶外全部合格。

由于花茶是以煎煮(或浸泡)的方式饮用, 因此研究花茶煎煮液(或浸泡液)中微量元素的实际溶出情况, 有利于认清茶叶中微量元素的实际功效。从表 4 可以看出, 各种花茶中 Cu、Zn、Mn 和 Ni 的溶出率相对较高, Fe 的溶出率较低, 除 Fe 外的其它营养元素溶出率较高, 有害的重金属 Cd、Pb 和 Cr 的溶出率很低, 在溶出液中均未检出 Cd, 7 种花茶中腊梅中 Pb 的溶出率最低, 玉蝴蝶中 Pb 的溶出率最高, Cr 的溶出率在 3.51%—31.96% 之间。花茶中 Cd、Pb 和 Cr 的溶出率较低, 这对服用的安全性有利。花茶中各元素的溶出率不同, 各元素的溶出率的差异是花茶本身内部结构所导致, 花茶中元素的溶出率主要取决于元素在花茶中的存在形态, 如锌溶出率高的原因可能与花茶中

该元素大多以游离状态存在或以不稳定的结合态存在有关,而铁虽然其含量高,但铁在花茶中可能以硫簇化合物的形式参与茶叶细胞叶绿体的光合作用,还以铁嘌呤的形式构成细胞色素,致使花茶中的铁不容易溶出,所以其溶出率也较低。

表 4 7 种花茶中微量元素含量及溶出率的测定结果 (lg · g⁻¹, %)

	Cu	Zn	Fe	Mn	Cd	Cr	Pb	Ni
金银花	4.64	44.05	346.87	18.83	ND	4.77	2.51	4.06
溶出率	30.38	44.35	2.87	21.65	0	10.15	10.07	25.33
玫瑰茄	1.90	52.77	183.49	209.10	0.033	3.40	2.93	0.30
溶出率	62.72	20.86	16.93	16.40	0	6.03	18.24	16.00
玉蝴蝶	34.14	52.72	326.15	21.11	ND	2.53	1.90	1.23
溶出率	37.57	38.26	15.42	40.91	0	6.65	24.47	28.22
仙人掌	5.37	89.77	674.91	104.61	ND	4.10	4.16	2.10
溶出率	25.63	25.17	3.14	9.22	0	16.95	8.04	39.29
菊花	6.84	69.68	155.20	87.09	0.63	1.20	3.21	2.20
溶出率	36.02	39.31	6.73	7.29	0	3.51	5.64	10.27
薰衣草	8.45	86.13	542.70	24.15	ND	1.27	1.06	0.20
溶出率	30.02	34.26	1.33	6.29	0	20.85	7.40	92.50
腊梅	11.64	79.80	465.17	60.04	1.86	4.53	6.45	35.87
溶出率	5.37	11.47	3.32	16.67	0	31.96	3.19	6.37

ND表示未检出。

参考文献

- [1] 杨义钧. 3 种菊花茶中 6 种微量元素的初级形态及溶出特性研究[J]. 光谱实验室, 2009, 26(4): 959—962.
- [2] 范文秀, 杨素兰, 郝海玲. 山楂及其中药制剂中无机元素的光谱测定[J]. 广东微量元素科学, 2005, 12(8): 60—62.
- [3] 秦俊法, 李增禧. 中国微量元素研究二十年[J]. 广东微量元素科学, 2004, 11(12): 1—9.
- [4] 栾娜, 张莹. 北京市部分市售儿童小食品重金属污染分析[J]. 食品科学, 2006, 27(10): 473—476.
- [5] 吴良, 杜兵兵, 罗盛旭. 海南苦丁茶和绿茶中微量元素溶出率的比较分析[J]. 微量元素与健康研究, 2008, 25(5): 39—41.

Determination of the Dissolved Rates of Eight Trace Elements in Seven Kinds of Scented Teas

TANG Chang-Qing ZHU Fang-Kun^a

(Department of Metallurgical and Chemical Engineering, Jiyuan Vocational and Technical College, Jiyuan, Henan 454650, P. R. China)

^a(School of Chemistry and Chemical Engineering, Henan Institute of Science and Technology, Xinxiang, Henan 453003, P. R. China)

Abstract The contents and the dissolved rates of eight trace elements, Fe, Mn, Cu, Zn, Ni, Cr, Cd and Pb were determined in seven kinds of scented teas by ICP-AES with microwave digestion. The results show that the content of Fe in scented teas is relatively high, while the scented teas contain little Cr, Cd and Pb. The dissolved rates of Cu, Zn, Mn and Ni are relatively high, but Fe and other heavy metals such as Cr, Cd and Pb have lower dissolved rates in scented teas. The results will provide scientific data for the study on the elements in scented teas and on their relativity of health-care effect.

Key words ICP-AES; Scented Tea; Trace Element; Dissolved Rate