

火焰原子吸收光谱法测定茶叶中铅铜

罗晓薇

(福建省泉州市产品质量检验所 泉州 362000)

摘 要 本文采用干灰化-盐酸消解试样,消解液同时用火焰原子吸收光谱法测定茶叶中铅铜,铅在0~10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 呈现良好的线性关系,相关系数 $=0.09991$ 。铜的线性范围为0~5 $\mu\text{g}/\text{mL}$,相关系数 $=0.9996$ 。以3SA/S计,铅检出限:0.06 $\mu\text{g}/\text{mL}$;铜检出限:0.008 $\mu\text{g}/\text{mL}$;方法精密度RSD $<3\%$,加标回收率96%~102%。

关键词 茶叶 铅 铜 火焰原子吸收光谱法

茶叶作为我国传统饮品,有着悠久的历史 and 灿烂的文化,与人们的日常生活密不可分。茶叶中富含多种有益于人体健康的微量元素,但同时也含有一些有害的重金属元素,其中的铅、铜已纳入国家标准的控制项目。

现行测定茶叶中铅铜的国家标准方法中规定。测定铅时消解样品采用灰化后用硝酸-高氯酸消解灰分的方法,该方法对大部份茶叶消解不完全,多次加酸仍有大量残渣存留,很难得到澄清透明的消解液,且由于使用高氯酸使操作具有一定的危险性;测定铜时是采用硝酸湿消解样品后将样品置于高温炉中灰化后再用酸消解的方法,该方法操作复杂,湿消解时样品发泡极易逸出坩埚造成损失,且需重复灰化-消化过程,分析效率低。目前虽有微波消解等较先进的消解方法,但由于微波消解取样量少,不适用于火焰原子吸收分析。试验表明:采用先将样品于500 $^{\circ}\text{C}$ 以下灰化后用盐酸消解,消解液同时应用于两种元素分析的火焰原子吸收光谱法测定茶叶中铅铜的分析方法,操作简便快捷,样品消解完全且不会造成分析元素损失,具有良好的准确度和稳定性,可应用于实际样品的分析。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

TAS-8986原子吸收分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司),吴氏高性能空心阴极铅灯(北京瀚时制作所),空心阴极铜灯(北京市曙光电子光源仪器有限公司)。

铅标准储备液:1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$,GSB G 62071-90(8201)(国家钢铁材料测试中心 钢铁

研究总院), 用时逐级稀释至所需浓度。

铜标准储备液: 100 μ g/mL, SB9006(上海市计量测试技术研究院), 用时稀释至所需浓度。

茶叶: 国家一级标准物质, GBW07605(GSV-4)(地矿部物化探研究所)。

实验所用试剂均为分析纯或分析纯以上, 所用玻璃器皿均用HN03(1+1)浸泡24h以上再用水、蒸馏水冲洗干净。

1.2 仪器主要工作条件

测铅工作条件: 波长217.0nm, 通带宽度0.4nm, 灯电流8.0mA, 燃烧器高度12mm, 燃气流量1000mL/min, 氘灯和背景方式。

测铜工作条件: 波长324.7nm, 通带宽度0.4nm, 灯电流3.0mA, 燃烧器高度5mm, 燃气流量1600mL/min。

1.3 试样分析

1.3.1 样品消解 称取粉碎后的试样2~5g(精确至0.0001g)于50mL的瓷坩埚中, 先在可调试电热板上小火碳化至无烟, 移入高温炉中于500 $^{\circ}$ C灰化6h, 取出冷却, 用1mL硝酸(1%)润湿灰分, 将灰分置于可调式电热板上低温加热至冒烟, 取下稍冷, 加2mL盐酸(1+1), 低温加热至溶液透明, 将消解液选入25mL容量瓶中, 用水定容至刻度。混匀备用。

移取样品消解液15mL于125mL的分液漏斗中, 补加水至60mL, 加2mL柠檬酸铵溶液(250g/L), 溴百里酚蓝指示剂(1g/L)2~3滴, 用氨水(1+1)调至溶液由黄变蓝, 加硫酸铵溶液(300g/L)10mL, DDTC溶液(50g/L)10mL, 摇匀[1], 放置5min左右, 加入5.0mL MIBK, 剧烈振荡取得1min, 静置分层后, 弃去水相, 将MIBK层放入10mL具塞刻度管中, 备用。

1.3.2 铅标准系列制备 分别移取10 μ g/mL铅标准工作液0.0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0mL于6个125mL的分液漏斗中, 补加水至60mL, 以下操作同样品消解。

1.3.3 铜标准系列制备 分别移取100 μ g/mL铜标准工作液0.0, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 5.0mL于6个100mL的容量瓶中, 用HCl溶液(1%)定容至刻度, 摇匀。此系列含铜浓度分别为: 0.0, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 5.0 μ g/mL。

1.3.4 铅的测定 吸取样品消解液15mL于125mL的分液漏斗中, 补加水至60mL。以

下步骤同 标准系列制备相同方法萃取。将仪器调至最佳工作状态，按标准系列顺序依次测定标准溶液 萃取液，绘制校准曲线后测定空白和样品萃取液的吸光值，以校准曲线法定量。

1.3.5 铜的测定 将测铅后剩余的样品消解液于仪器最佳工作条件下和铜标准溶液一起上 机测定，绘制校准曲线后测定空白和样品吸光值，以校准曲线法定量。

2 结果与讨论

2.1 样品消解

茶叶试样经500℃灰化后除去大部分有机物，试验对比了不同酸介质对灰化后灰分的溶解性。试验表明，硝酸、硝酸-高氯酸(1+4)对多数茶叶灰分不能完全溶解，多次反复加酸加热仍有褐色残渣残留，无法获得澄清透明的消解液。而盐酸对茶叶灰分有着极强的溶解性，但盐酸浓度为(1+9)时酸度偏低，溶解速度较慢，当盐酸浓度为(1+1)时，能迅速完全溶解灰分且不会引起铅元素损失，因而选用盐酸溶液(1+1)消解试样。

2.2 工作条件的选择

2.2.1 铅分析线的选择 铅在217.0nm处灵敏度较高但背景吸收较大，可选用次灵敏线283.3nm作分析线。本试验对比以两条分析线铅的灵敏度和线性范围。在分析波长283.3nm处，特征浓度0.16 $\mu\text{g}/\text{mL}/1\%$ 吸收，线性范围0~20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；在分析波长217.0nm处，特征浓度0.08 $\mu\text{g}/\text{mL}/1\%$ 吸收，线性范围0~10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，数据表明，次灵敏线283.3nm的分析灵敏度不适合茶叶中铅的分析(国标要求铅 $\leq 2\text{mg}/\text{kg}$)，虽有较宽的线性范围但对于茶叶分析无实际意义。而在次灵敏线217.0nm处虽有较大的干扰及背景吸收，但通过采用氘灯扣除背景，基本能消除干扰的影响，可获得较高的灵敏度和稳定性，可选作分析线。

2.2.3 燃气流量和燃烧器高度的选择 由于燃气、助燃气、燃烧器高度之间存在相互影响 [2]，因此在固定空气出口压力为0.25MPa条件下，试验了不同燃烧器高度不同燃气流量时吸光值的变化。结果见图1、图2。综合考虑各因素，选定测铅时燃烧器高度12mm，燃气流量1000mL/min；测铜时燃烧器高度5mm，燃气流量1600mL/min。

2.4 方法的线性范围、灵敏度和检出限

将仪器调至最佳工作状态，按试验方法分别测定铅、铜系列标准溶液的吸光值并绘制校准曲线，试验表明铅校准曲线在0~10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内呈现良好的线性关系。校准曲线的回归方程 $A=0.0582C+0.0251$ ，相关系数 $=0.9991$ ；铜校准曲线在0~5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内呈现良好的线性关系。校准曲线的回归方程 $A=0.1109C+0.0073$ ，相关系数 $=0.9996$ 。

分别取铅、铜空白溶液重复11次测量，铅标准偏差 $SA=0.0011$ ，以 $3SA/S$ 计，检出限为0.06 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；铜标准偏差 $SA=0.0003$ ，以 $3SA/S$ 计，检出限为0.008 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

2.5 准确度、精密度及回收率

选取茶叶国家标准物质及市售岩茶各一种按试验方法进行分析，同时进行加标回收率实验。6次平行测定的结果、相对标准偏差和回收率见表1。试验表明本法具有较高的准确度和精密度，符合化学分析试验的要求。

表1 样品测定和回收率 (n=6)

样品名称

标志值 (mg/kg) 测定值 (mg/kg) RSD (%) 加入量 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) 回收量 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) 回收率 (%)

PbCuPbCuPbCuPbCuPbCuPbCu

4.4917.962.01.96998.4

4.2718.282.01.96998.5

GBW076054.4

± 0.2 17.3 ± 1.0 4.3317.194 .3817.752.12.3 2.01.92396.2

4.04.057101.4

4.4318.304.04.075101.9

4.5117.744.03.97299.3

0.95417.423.04.02.9984.06399.9 101.6

0.92617.003.04.02.9663.92898.9 98.2

岩茶 0.93816.810.95417.661.52.1

3. 04. 02. 9513. 85098. 496. 3

5. 02. 04. 8712. 03497. 4101. 7

0. 92017. 555. 02. 04. 9601. 98899. 299 . 4

0. 93616. 895. 02. 04. 8491. 95597. 0 97. 8

3 结论

本文探讨了采用干灰化—盐酸消解试样，一次消解火焰原子吸收光谱法测定茶叶中铅铜的分析方法。试验表明，该方法样品消解快速、完全，不会引起待测元素损失，提高了工作效率。具有较高的准确性、精密度和灵敏度。标准样品分析结果和标示值一致，回收率在96%~102%，精密度RSD<3%，可用于各种茶叶的分析测定。

参 考 文 献

- [1] GB/T5009. 12—1996, 食品中铅的测定方法[S]北京: 中国标准出版社, 1996. 4
[2] 邓勃主编. 应用原子吸收及的子荧光光谱分析 [M] . 北京: 化学工业出版社, 2003. 154 166

Determination of Lead and Copper in Tea by FAAS

Luo Xiao Wei

(Quangzhou Products Quality Inspection Institute, Quangzhou 36200)

Abstract A method for determining lead and copper in Tea by One-digest ion Flame atomic absorption spectrometry. Beer's law is obeyed in the range of 0 ~10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ for Pb and 0~5. 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ for Cu. The relative standard deviation obtained is less than 3% and recoveries were 96%~102%. It has an accurate and reliable result in the analysis of actual samples.

Keywords Tea Lead Copper Flame atomic absorption spectrometry