

SCIENTIFIC iCE 3500 石墨炉原子吸收测定茶叶中铅元素含量

王飞

赛默飞世尔科技应用中心，痕量元素分析

简介

我国是茶叶的故乡，是世界上产茶、制茶、饮茶最早的国家，茶叶是我们日常消费的必需品，也是我国传统出口的优势农产品。茶叶富含茶多酚、氨基酸、维生素、生物碱和多种微量元素，是世界公认的天然健康饮料。

然而现代科学分析证明，茶叶同时中含有一些微量的对人体有害的金属元素，如铅、铬、镍等。它们潜在的来源主要有茶树生长的自然本底、生长环境，以及使用农药肥料类化学品、后期加工等过程所受到的污染，导致了茶叶中重金属含量也呈上升的趋势，直接威胁人类的健康。其中以铅的毒性最大，它可在人体内积蓄，直到引起慢性中毒，除损伤神经系统的同时，还会对消化系统和骨骼造血功能造成严重危害。目前一般的茶叶均能满足《茶叶卫生标准》的要求，所含的这些元素量都极其微少，能够很好的控制在对人体健康无不利影响的安全限值范围内。

参考国际上茶叶中含铅量标准的上限，我国的《GB2762-2012 食品中污染物限量》与最严的欧盟有着相同的控制标准，以每千克茶叶含铅量计算，均要求为小于 5 mg；而日本则要求小于 25 mg，英国、澳大利亚、加拿大、印度要求小于 10 mg。因此，合理和科学的饮茶方式，将能够完全避免不利因素对人体健康的影响。

本文采用 iCE3500 原子吸收光谱仪，通过对样品前处理方法、仪器条件、石墨炉加热程序等内容进行了研究和优化，详细地介绍了茶叶中铅元素石墨炉测量方法的研究报告。

参考标准：GB/T 5009.57 茶叶卫生标准的分析方法、GB 2762-2012 食品中污染物限量



实验部分

仪器介绍

Thermo Scientific iCE3500 原子吸收光谱仪 iCE3500 原子吸收光谱仪有别于其它传统设计的仪器，她采用人体工程学设计，独特的对称光路结构、光学双光路设计，包括：

- 无需更换和校准的双原子化系统；
- 双背景校正功能；
- 独特一体化的石墨炉可视进样系统；

其采用动态光学控温的石墨炉系统，可配置普通和交流塞曼石墨炉，具有升温高、速率快及石墨管适用性强、使用寿命长等特点。

方法提要

试样采用硝酸、过氧化氢经高压密闭方式溶解后，在硝酸介质中，按照选定的仪器参数条件和优化后的石墨炉加热程序，以磷酸二氢铵和硝酸钡混合试剂做为基体改进剂，有效地去除了基体组份影响和避免了铅元素在灰化阶段的损失，从而准确地进行了茶叶标准物质中铅元素含量的测定。

试剂

- 高纯硝酸，65% v/v（Fisher Scientific）；
- 过氧化氢，30% v/v（优级纯，国药集团）；
- 铅（Pb）标准溶液，1000 µg/mL（国家标准物质研究中心）；
- 磷酸二氢铵；
- 二氯化钡，制备成 1% 硝酸钡溶液（m/v）；
- 基体改进剂：1% 磷酸二氢铵（m/v），其中包含 0.005% 硝酸钡（m/v）；

实验设备及器皿

- iCE 3500 原子吸收分光光度计（Thermo Scientific）；
- Pb 空心阴极灯（Thermo Scientific）；
- Coated 热解涂层石墨管（Thermo Scientific）
- 超纯水机（Fisher Scientific）；
- 20~100 µL、200~1000 µL 微量移液器（Fisher Scientific）；
- 50、100 mL HPDE 容量瓶（NALGENE）；
- 烘箱

标准溶液制备

Pb 标准对照储备液：

准确移取 1000 µg/mL 铅标准溶液 100 µL 于 100 mL HPDE 容量瓶中，加入 1 mL 硝酸后定容至 100 mL，摇匀，此溶液即为含 Pb 1 µg/mL 标准溶液。

Pb 标准曲线：

依次配制 1% 硝酸介质中浓度为 0.00 ng/mL、2 ng/mL、4 ng/mL、6 ng/mL、8 ng/mL、10 ng/mL 的 Pb 标准工作液；

建议：由于 iCE3500 原子吸收光谱仪配备了高精度进样的自动进样器并具有自动稀释功能，用户可以仅配制单一浓度为 10 ng/mL 的 Pb 标准工作液，通过 Solaar 操作软件自动完成相应浓度的进样设置。

样品前处理

准确称取 4 份绿茶样品各 0.2500 g 于聚四氟乙烯消解罐中，加入 2 mL 硝酸、1 mL 过氧化氢后预消解半小时，预消解完成后，盖好内盖并旋紧外套，放置于 200 度的烘箱中进行消解，消解完全后，取出冷却并稀释至 50 mL，摇匀即得待测溶液；同法同时制备试剂空白溶液。

方法优化

仪器参数

分析波长：283.3 nm，光谱通带：0.5 nm；

测量方式：峰高，背景校正：塞曼；

石墨管类型：热解涂层石墨管，样品注入温度：25℃；

干燥温度：105℃，斜坡升温 8 秒保持时间 40 秒；

升温速率：10℃ / 秒，通气 0.2 L/min；

灰化温度：700℃，斜坡升温 4 秒保持 20 秒；

升温速率：150℃ / 秒，通气 0.2 L/min；

原子化温度：1400℃，原子化时间 3 秒；

升温速率：直接升温，通气 0.0 L/min；

除残温度：2600℃，除残时间 3 秒，通气 0.2 L/min；

标准曲线：0.00 ng/mL、2 ng/mL、4 ng/mL、6 ng/mL、8 ng/mL、10 ng/mL，手动或自动稀释方式；

曲线拟合方式：最小线性二乘法；

进样体积：20 µL，基体改进剂 5 µL；

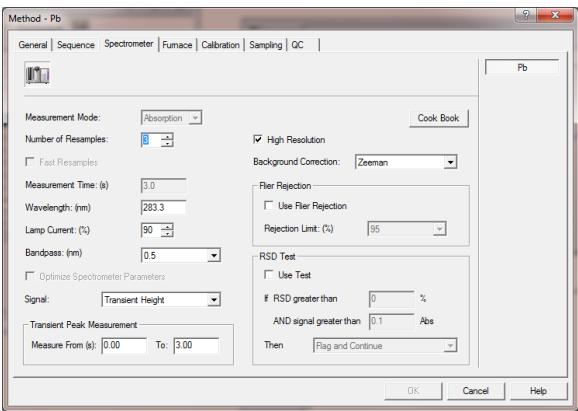


图 A. Solaar 操作软件光谱仪参数界面

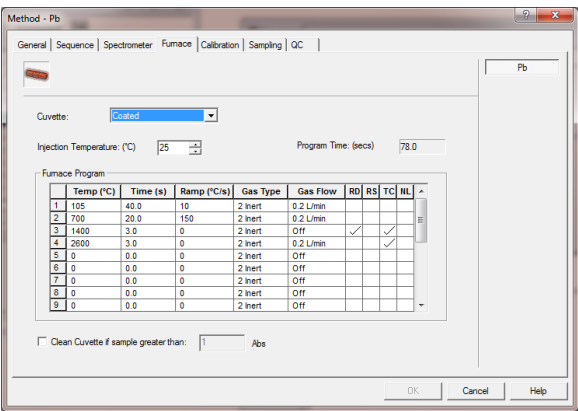


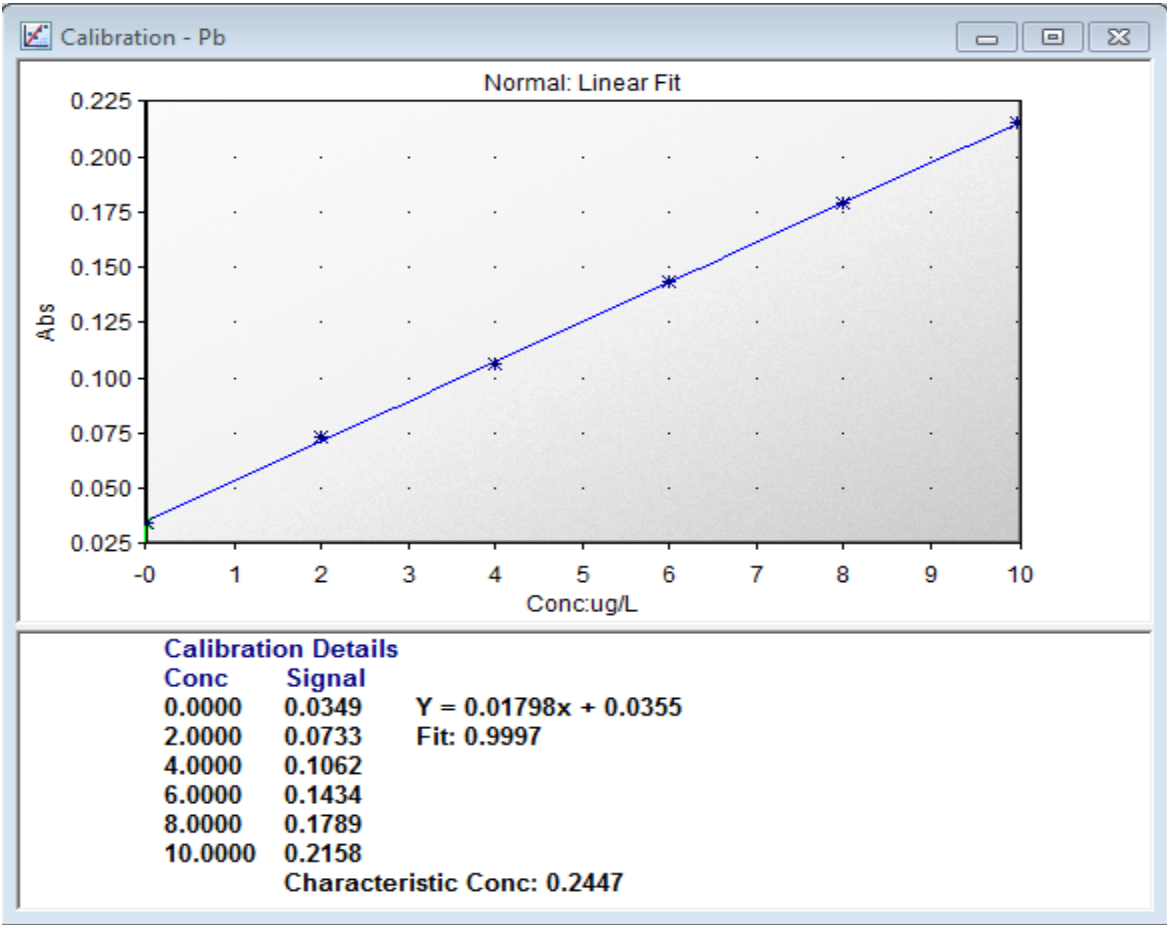
图 B. Solaar 操作软件石墨炉升温参数界面

分析结果

标准曲线信息

曲线方程： $Y=0.01798X+0.0355$ ，回归系数 $Rho=0.9997$ 。

根据标准曲线计算，Pb 的特征浓度为 0.2447 ng/mL，样品前处理倍数为 200（0.25 g 50 mL），因此在当前仪器条件和分析参数情况下，该方法能够准确定量的下限计算为 $MDL=0.2447*200=0.049$ mg/Kg。



测量结果及精密度

实验选取了 4 份 GBW10052 绿茶成分分析标准物质做为实验样品进行了测量，4 份绿茶标准物质的实际测量结果均与标准推荐值极为接近，准确度控制在 98.5%~100.4% 之间，4 份绿茶标准物质测量结果之间的精密密度为 0.91%。

GBW10052 CRM Green Tea	称样量 (g)	体积 (mL)	吸光度 (Abs)	溶液浓度 (µg/L)	测量值 (mg/kg)	推荐值 (mg/kg)	准确度 (%)
平行 1	0.2521	50	0.1810	8.0908	1.605	1.60 ± 0.20	100.3
平行 2	0.2518	50	0.1782	7.9350	1.576	1.60 ± 0.20	98.5
平行 3	0.2507	50	0.1801	8.0407	1.604	1.60 ± 0.20	100.2
平行 4	0.2503	50	0.1801	8.0379	1.606	1.60 ± 0.20	100.4

讨论

实验采用 Thermo Scientific iCE3500 石墨炉原子吸收进行了茶叶中铅元素含量的测定，数据表明，该方法分析速度快、定量下限低，满足检测周期短和灵敏度高的要求，同时保证具有较高的分析精密度和测量结果准确度，在评价茶叶质量及监测茶叶中重金属元素的卫生指标方面有着实际应用意义。



赛默飞
官方微信



赛默飞色谱
与质谱中国

热线 800 810 5118
电话 400 650 5118
www.thermofisher.com

ThermoFisher
S C I E N T I F I C