

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,消解液用火焰原子吸收光谱法测定茶叶中铅和铜。在铅吸收波长 217.0nm 处,铅在 0~10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 呈现良好的线性关系,在铜吸收波长 324.7nm 处,铜的线性范围为 0~5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$,相关系数 $r=0.9996$ 。以 3S_A/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%。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,但同时含有一些有害的重金属元素,其中的铅、铜已纳入国家标准控制项目。

现行测定茶叶中铅和铜的国家标准方法中对样品的消解是采用铅和铜单独消解的方法。测定铅时消解样品采用灰化后用硝酸-高氯酸消解灰化的方法,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;测定铜时是采用先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-消解过程,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℃ 以下灰化后用盐酸消解,消解液同时应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,对样品的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,可用于实际样品的分析。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

TAS-986 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 G62071-90(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 $\mu\text{g}/\text{mL}$,SB9006(上海市计量测试技术研究院),用时逐级稀释至所需浓度。

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

实验所用试剂均为优级纯,所用玻璃器皿均用 HNO₃(1+1)浸泡 24h 以上,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,氘灯扣背景方式。

测铜工作条件:波长 324.7nm,通带宽度 0.4nm,灯电流 3.0 mA,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,先在可调式电热板上小火碳化至无烟,移入高温炉中于 500℃ 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小火加热至冒烟,取下稍冷,加 2mL 盐酸(1+1),小火加热至溶液透明,将消解液洗入 25mL 容量瓶中,用水定容至刻度。混均备用。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,剧烈振荡提取 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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 铅标准工作液 0.0,1.0,2.0,3.0,4.0,5.0mL 于 6 个 125mL 的分

作者简介:罗晓薇(1965~)女,福建连城人,工程师。luoxu@chinacdc.com

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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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。此系列含铜浓度为:0.0, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

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 灰化后已除去大部分有机物,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(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 灵敏度较高背景吸收较大,可选用次灵敏线 283.3nm 作分析线²。试验对比两条分析线铅的灵敏度和线性范围。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 0~206 $\mu\text{g}/\text{mL}$;在分析波长 217.00nm 处,特征浓度 0.0086 $\mu\text{g}/\text{mL}/1\%$ 吸收,线性范围 0~10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。数据表明,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 2mg/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 217.0 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,因此在固定空气出口压力为 0.25MPa 条件下,试验不同燃烧器高度下不同燃气流量时吸光值的变化(见图 1、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。

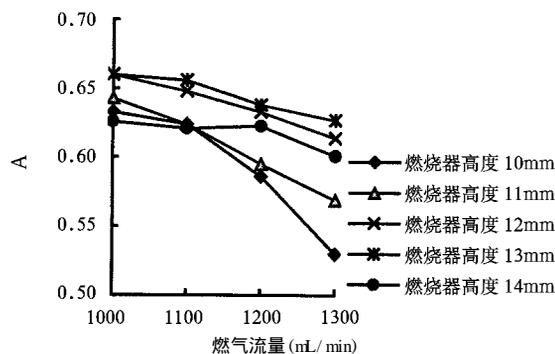


图 1 燃烧器高度燃气流量对铅吸光值的影响

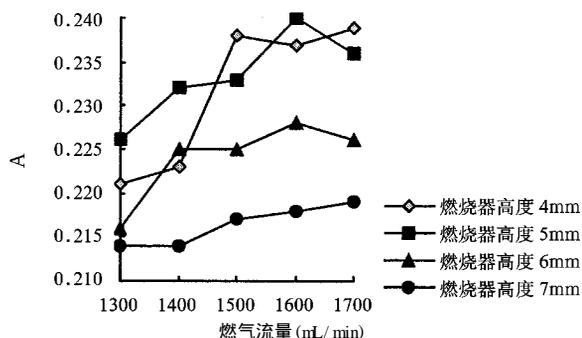


图 2 燃烧器高度燃气流量对铜吸光值的影响

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 $A = 0.0582C + 0.0251$,相关系数 $r = 0.9991$;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 $r = 0.9996$ 。

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

2.5 方法准确度、精密度验证及样品分析结果

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 样品测定和回收率试验 (n = 6)

样品名称	标示值 (mg/ kg)		测定值 (mg/ kg)		RSD (%)		加入量 (µg/ mL)		回收量 (µg/ mL)		回收率 (%)	
	Pb	Cu	Pb	Cu	Pb	Cu	Pb	Cu	Pb	Cu	Pb	Cu
GBW 07605	4.4 ±0.2	17.3 ±1.0	4.49	17.96	2.1	2.3	2.0		1.969		98.4	
			4.27	18.28			2.0		1.969		98.5	
			4.33	17.19			2.0		1.923		96.2	
			4.38	17.75			4.0		4.057		101.4	
			4.43	18.30			4.0		4.075		101.9	
			4.51	17.74			4.0		3.972		99.3	
岩茶			0.954	17.42	1.5	2.1	3.0	4.0	2.998	4.063	99.9	101.6
			0.926	17.00			3.0	4.0	2.966	3.928	98.9	98.2
			0.938	16.81			3.0	4.0	2.951	3.850	98.4	96.3
			0.954	17.66			5.0	2.0	4.871	2.034	97.4	101.7
			0.920	17.55			5.0	2.0	4.960	1.988	99.2	99.4
			0.936	16.89			5.0	2.0	4.849	1.955	97.0	97.8

3 结论

本文探讨采用干灰化 - 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,加标回收率在 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
- 2 邓勃主编.应用原子吸收及原子荧光光谱分析[M],北京:化学工业出版社,2003

Determination of lead and copper in tea by FAAS

Luo Xiaowei

(Quagzhou Products Quality Inspection Institute ,Quagzhou 362000)

Abstract A method for determining lead and copper in tea by One - digestion Flame atomic absorption spectrometry. Beer 's law is obeyed in the range of 0 ~ 10µg/ mL for pb and 0 ~ 5.0µg/ 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.

Key words Tea Flame atomic absorption spectrometry

(下接第 36 页)

Quantitative determination of the mix resin in coating for navy ship by infrared spectroscopy

Cao Jingyi Fu Dahai Zhang Feng Yang Guangfu

(Navy Coating Analysis and Test Center ,Beijing 100072)

Abstract In addition to its application as a qualitative investigation tool ,Fourier transform infrared spectroscopy(FT - IR) has great utility in quantitative analysis for mix resin in coatings. The basis for quantitative analysis is the absorption law and ratio method. This test is performed by measuring the absorbance at the single absorption peak in the two mix resin. The method gives good result and recovery from the standard curve. This technique is sensitive ,accurate ,convenient , and involves minimal sample manipulation.

Analyzing and determining the composition and property of the ship coating 's binder(resin) has much significance in reducing the loss of coating and ensure the high quality of the ship coatings.

Key words FT - IR Mix resin Coating Quantitative analysis