

微波消解 ICP-AES 法测定茶叶中的重金属元素含量

ICP-069

摘要： 本实验采用微波消解法前处理茶叶样品，ICP-AES 法测定了茶叶 GBW10052 标准物质中的重金属元素的含量。实验结果表明，该方法线性相关系数良好，检出限低，精密度高，分析结果与标准值相吻合。

关键词： 食品安全 茶叶 重金属

茶叶是历史悠久、营养丰富的天然健康饮料，已成为仅次于碳酸饮料和饮用水的世界第三大饮料。茶叶又是我国重要的经济作物，其质量问题不仅关系到我国茶叶产业的发展，还关系到我国茶叶能否顺利进入国际市场。茶叶的重金属问题也是近年来出现的主要问题。重金属对人体以及作物都有一定毒害作用。

本文采用微波消解法消解茶叶样品，用岛津全谱型电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9000 测定了茶叶标准物质 GBW10052 中的重金属元素含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO₃ 和 H₂O₂ 试剂优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

称取 0.4 g 左右试样于聚四氟乙烯微波消解内罐中，加入 6 mL HNO₃，待剧烈反应完成后加入 2 mL 30% 的 H₂O₂，摇匀，反应一段时间后盖上聚四氟乙烯上盖，装入微波消解炉消解。消解完毕后在电热板上以 150℃ 下赶酸至近干，冷却至室温，用 5% 的硝酸将样品溶液转移至 10 mL (或 25 mL) 容量瓶，用 5% 硝酸定容至刻度，待测。同法制备方法空白。

1.4 仪器参数

仪器工作条件如表 1 所示。

表1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	炬管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向纵向	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2

结果与讨论

2.1 标准曲线配制

使用 10% 硝酸配制混合标准溶液，如表 2。

表2 各元素标准曲线浓度及波长

元素	分析波长 (nm)	标准曲线浓度							单位
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7	
Ba*	455.403	0	-	-	0.1	0.25-	1.0	2.5	mg/L
Co	238.892	0	0.01	0.05	0.1	-	-	-	mg/L
Cr	206.149	0	0.01	0.05	0.1	-	-	-	mg/L
Cu*	324.754	0	-	-	0.1	0.25-	1.0	-	mg/L
Ni	231.604	0	0.01	0.05	0.1	-	-	-	mg/L
Pb	220.353	0	0.01	0.05	0.1	-	-	-	mg/L
Sr*	421.552	0	-	-	0.1	0.25-	1.0	-	mg/L
V	292.402	0	0.01	0.05	0.1	-	-	-	mg/L

注：* 纵向观测

2.2 部分元素的标准曲线

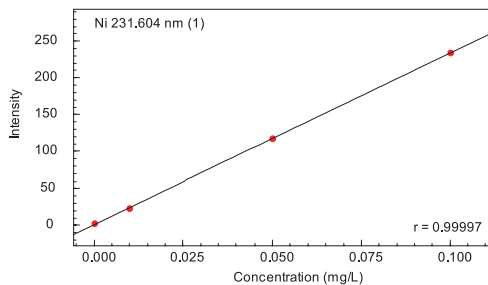


图1 Ni元素的标准曲线

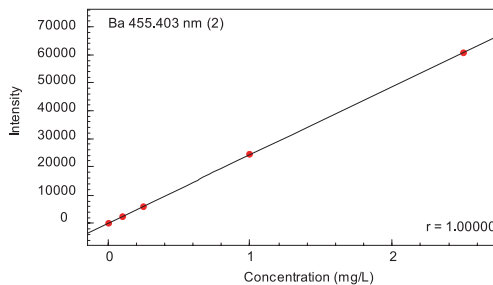


图2 Ba元素的标准曲线图

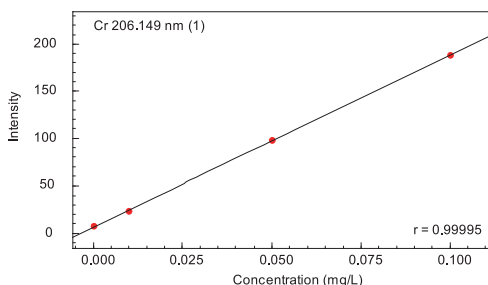


图3 Cr元素的标准曲线图

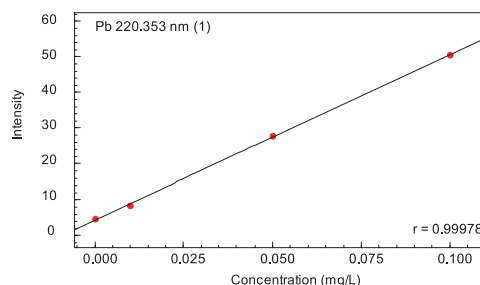


图4 Pb元素的标准曲线图

2.3 部分元素谱峰轮廓图

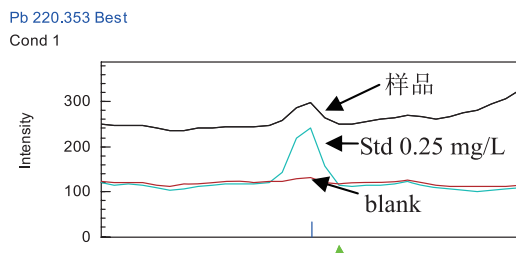


图5 Pb元素谱峰轮廓图

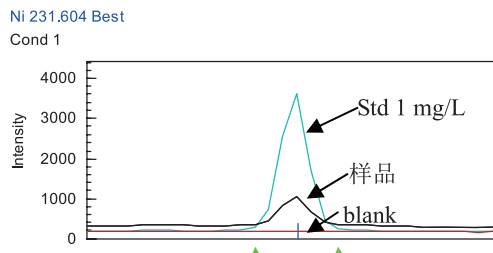


图6 Ni元素谱峰轮廓图

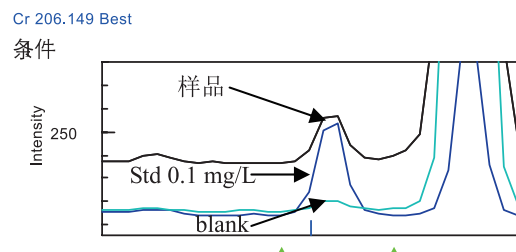


图7 Cr元素谱峰轮廓图

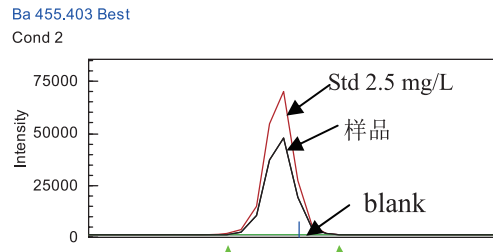


图8 Ba元素谱峰轮廓图

2.4 茶叶样品分析及检出限

使用 ICP-AES 法直接测定茶叶标准样品中的重金属元素，同时对空白溶液进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差除以斜率即为各元素的检出限。

表3 GBW10052样品分析结果

元素	检出限 (mg/L)	GBW10052			单位
		标准值	测定值	RSD (%)	
Ba	0.00017	41±4	40.4	0.62	mg/kg
Co	0.0011	0.3±0.02	0.294	1.56	mg/kg
Cr	0.0032	0.92±0.2	0.97	1.65	mg/kg
Cu	0.0026	24±1	24.6	0.41	mg/kg
Ni	0.0020	5.4±0.4	5.26	0.29	mg/kg
Pb	0.0051	1.6±0.2	1.60	1.10	mg/kg
Sr	0.00017	36±2	34.0	0.62	mg/kg
V	0.00078	0.6±0.15	0.48	0.70	mg/kg

2.5 Co 元素的 IEC 校正结果

根据样品谱图, 由于 Co 元素在 238.892 nm 处受 Fe 元素的光谱干扰严重, 造成 Co 的测定结果不准确, 如图 9。利用岛津 ICPEsolution 软件的干扰元素校正 (IEC 校正) 功能, 将 Fe 元素的干扰去除后, 可以对 Co 元素准确定量, 结果与标准值符合良好。

Co 238.892 Best

条件1

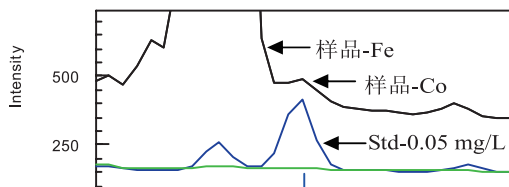


图9 Co元素光谱干扰情况

表4 IEC校正后结果

元素	校正前结果 (mg/kg)	校正后结果 (mg/kg)	标准值 (mg/kg)
Co	0.517	0.294	0.3±0.02

结论

采用微波消解法前处理茶叶标准样品, ICP-AES 法轴向和纵向同时测定了茶叶标准物质 GBW10052 中的重金属元素的含量。该方法检出限低, 精密度高, 分析结果与标准值相吻合, 适应于大批量茶叶重金属含量的日常检测。