

# HVG-ICP- AES 法测定茶叶中的硒含量

ICP-104

**摘要：**参考《GB/T 21729-2008 茶叶中硒含量的检测方法》前处理方法，采用微波消解法对茶叶样品进行消解，HVG- ICP-AES 法测定了样品中的 Se 元素。由于茶叶基质中的盐含量较高，而氢化物发生器是一种气体进样技术，可以有效的降低基质多元素的干扰。实验结果表明，该方法线性相关系数良好， $r=1.0$ ，方法检出限低，精密度高，加标回收率在 94 % -99 % 之间。适用于茶叶中的痕量元素 Se 的定量分析。

**关键词：**茶叶 硒 原子发射光谱 氢化物发生器

硒被科学家称之为人体微量元素中的“抗癌之王”，在抗氧化、清除自由基、提高机体免疫力等方面有重要意义。茶叶作为最受欢迎的饮品之一，广泛出现在人们的日常生活中。富硒茶叶成为保健品越来越多的出现。

检测茶叶中的硒含量，也成为规范茶叶市场的手段之一。本文参考《GB/T 21729-2008 茶叶中硒含量的检测方法》的前处理方法，使用氢化物 - 电感耦合等离子体原子发射光谱法 HVG-ICP-AES 研究测定了茶叶中的硒含量。

## 实验部分

### 1.1 仪器

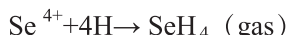
岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪，氢化物发生器 HVG-1

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用  $\text{HNO}_3$ 、 $\text{HClO}_4$  和  $\text{HCl}$  试剂为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 氢化物发生器原理

Mechanism of HVG :



氢化物发生器是一种气体发生装置。在酸性氛围中，一些元素如 Se、As、Te、Hg、Ge、Pb 等能被  $\text{NaBH}_4$  或  $\text{KBH}_4$  相应的还原成  $\text{SeH}_4$ ， $\text{AsH}_3$  等气体。与 ICP 联用时，该气体被氩气载气带入到雾室中，进行 ICP-AES 分析。氢化物发生器有以下几个优点：

- (1) 干扰少。样品中目标元素变成气体进入 ICP 中，基质干扰留在反应液中。
- (2) 高度自动化，操作简单。
- (3) 稳定性好。

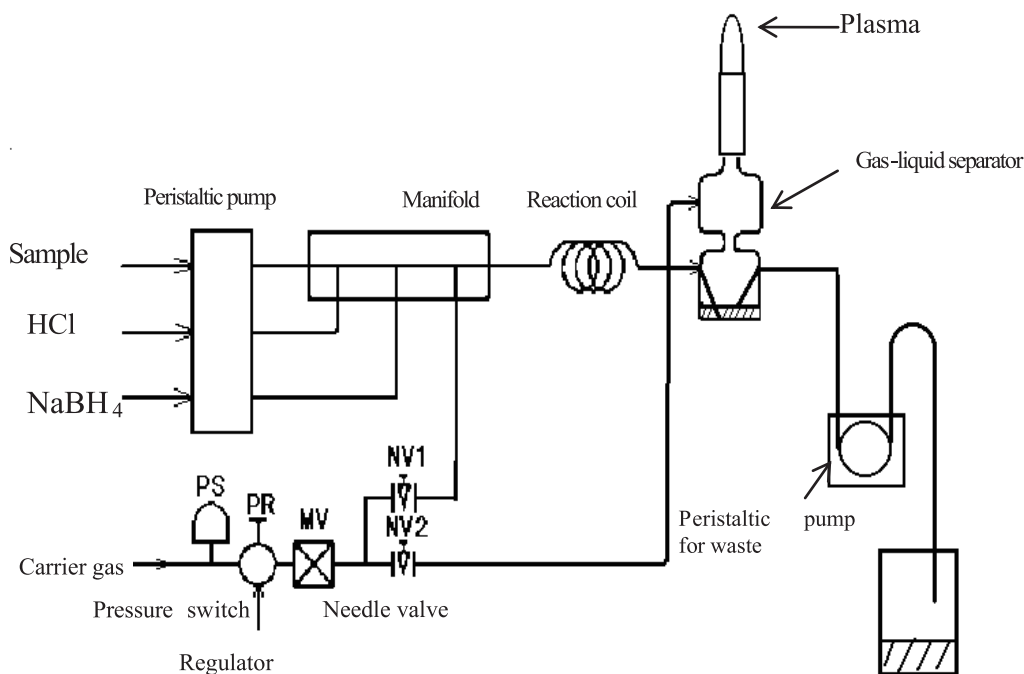


图1 HVG-ICP 图示

### 1.4 样品的前处理

将茶叶研碎，分别称取 0.5045 g 绿茶、0.4678 g 红茶于聚四氟消解罐中，加入 6 mL 硝酸，放入微波消解仪中，设置 10 min 升至 180°C，并且 180°C 保持 10 min，冷却至 60°C 取出消解罐，转移至 100 mL 玻璃烧杯中，加入 1 mL 高氯酸，于电加热板上加热至冒白烟取下冷却，用 10 % 盐酸清洗烧杯内壁，过滤，用 10 % 盐酸定容至 50 mL 容量瓶中。

HVG 装置所用还原剂，称取 2.5 g 硼氢化钠和 3 g 氢氧化钠，用超纯水定容至 250 mL，移取 100 mL 盐酸溶液，用超纯水定容至 250 mL。

### 1.5 仪器参数

本试验的仪器工作条件如表 1 所示。

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	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	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2

## 结果讨论

### 2.1 标准曲线溶液配制

使用 10 % 盐酸溶液配制 Se 的不同浓度标准溶液，如表 2。

表 2 Se 元素标准曲线浓度及波长

元素	观测方向	波长 (nm)	标准曲线浓度 (μg/L)				
			STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
Se	轴向	196.090	0.0	2.0	5.0	10.0	20.0

### 2.2 Se 元素标准曲线及谱线轮廓如下图

当样品中含多种组分并存在光谱干扰时，岛津 ICPsolution 软件具有独特的“最佳波长优化”功能，可根据各元素波长灵敏度和信噪比以及谱线间相互干扰情况，自动选择最佳波长。

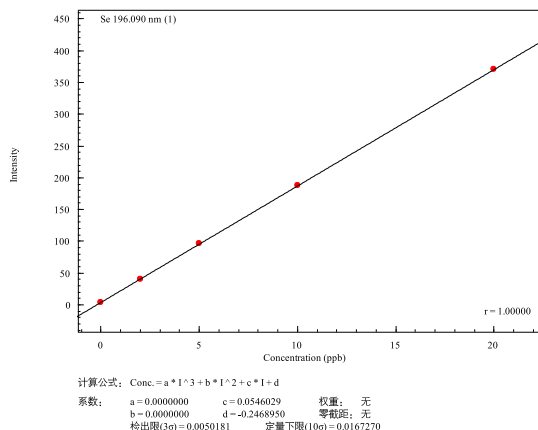


图1 Se元素标准曲线

Se 196.090 Best

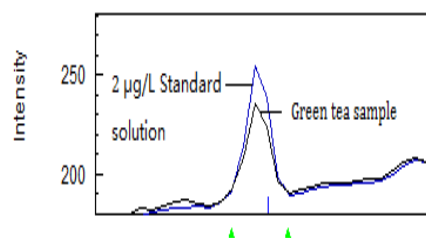


图2 标准溶液及样品中Se的谱线轮廓

### 2.3 样品分析结果回收率

使用 HVG-ICP-AES 法直接测量茶叶中 Se 元素的含量。对样品空白进行 10 次测定，软件中设置 [ 显示定量下限 ]，标准曲线自动计算元素的检出限 (  $3\sigma$  )。实验结果见表 3。

表 3 样品分析结果及检出限

元素	红茶 ( $\mu\text{g}/\text{Kg}$ )		绿茶 ( $\mu\text{g}/\text{Kg}$ )		检出限 ( $\mu\text{g}/\text{Kg}$ )
	测试值	样品含量	测试值	样品含量	
Se	0.97	51.68	1.27	62.93	0.005

表 4 样品加标回收率结果

样品	加标前 ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	加标后 ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	回收率 (%)
红茶	0.97	4.0	4.92	98.7
绿茶	1.27		5.06	94.7

## 结论

采用微波消解法对茶叶样品进行消解，HVG-ICP-AES 法测定了样品中的 Se 元素。由于茶叶基质中的盐含量较高，而氢化物发生器是一种气体进样技术，可以有效的降低基质及多元素的干扰。该方法检出限低，精密度高，加标回收率在 94 %-99 % 之间。适用于茶叶中的痕量元素 Se 的定量分析。