

悬浮液进样 - 火焰原子吸收光谱法测定茶叶中的微量铬

丁保宏, 黄中东, 田桂芝

(抚顺职业技术学院, 辽宁 抚顺 113006)

摘要: 将茶叶悬浮于琼脂胶体中制成悬浮液, 直接喷入空气-乙炔火焰, 用火焰原子吸收光谱法测定茶叶中的微量铬, 方法简便、快速、灵敏度和精密度高、测定结果与用灰化法处理样品一致, 检验表明, 两种样品前处理方法之间无显著性差异。相对标准偏差为 3.4% ~ 6.1%, 加标回收率为 95.7% ~ 103.8%。

关键词: 悬浮液进样; 火焰原子吸收光谱法; 茶叶; 铬

中国分类号: O 657.31 文献标识码: A 文章编号: 1004-0935(2004)04-0243-02

茶叶含有非常丰富的微量元素。由于生长环境、加工等因素的影响, 茶叶中往往有微量重金属元素铬存在。微量元素与人体健康关系密切, 适量的铬有调节人体内糖和胆固醇的代谢作用, 铬含量太少时, 会引起血管内壁脂肪的沉积, 使本来具有弹性的正常血管逐渐硬化, 是导致动脉硬化的一个因素; 可当铬含量太多时, 又会损害人体的肺等内脏器官, 并引起病变, 是公认的致癌因素之一。所以测定茶叶中的铬对衡量茶叶品质具有重要意义。

国家标准规定食品中铬的测定方法^[1]有原子吸收石墨炉法和示波极谱法, 这些方法采用干法和湿法两种前处理, 过程繁琐且操作周期长, 容易引起损失。

悬浮液进样技术不破坏样品, 方法操作简便、快速、无污染, 不会造成测量元素的挥发损失, 十几分钟完成称样、悬浮液制备等分析过程, 适合于快速分析, 是近年来国际国内的研究热点^[2,3]。本文采用悬浮液进样 - 火焰原子吸收光谱法测定茶叶中的铬, 以往文献未见报到, 与传统灰化法对照, 测定方法可行。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

WFX-1E2 型原子吸收分光光度计(北京瑞利分析仪器公司)。

铬标准储备液: 1.0 mg/mL, 称取干燥的优级纯重铬酸钾 1.4135 g 溶于水中, 转移至 500 mL 容量瓶中, 加水定容到刻度, 摆匀。使用时稀释至所需浓度。

琼脂溶液: 1.5 g/L, 称取 3 g 琼脂放入大烧杯中, 加入 2 L 水, 放置过夜, 加热保持微沸直到溶液透明, 加水到 2 L 刻线, 冷却待用。

硫酸钠溶液: 100 g/L。

所用试剂重铬酸钾为优级纯, 其余均为分析纯, 实验用水为去离子水。

1.2 仪器工作条件

Cr 空心阴极灯, 分析线 357.9 nm, 光谱带宽 0.2 nm, 灯电流 3.0 mA, 燃烧器高度 5 mm, 乙炔速率 6.5 L/min, 空气速率 2.5 L/min。

1.3 悬浮液的制备

悬浮液进样 - 火焰原子吸收光谱法测定技术的关键是悬浮液制备, 而样品颗粒度及悬浮液的稳定性又是悬浮液制备的关键。

按四分法取适量均匀的样品, 烘干, 研磨后过 160 目筛, 准确称取 2 g 左右样品于 25 mL 比色管

中,管内预先装有少量琼脂溶液,振动使样品浮起,再用琼脂溶液定容,剧烈振动2.5 min,可获得均匀的悬浮液。

1.4 实验方法

将配制好的悬浮液轻轻摇动30 s左右,吸取4.00 mL 6分,分别置于25 mL容量瓶中,依次加入0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0 μg 标准铬,再加入1.00 mL 琼脂溶液、2.00 mL Na_2SO_4 溶液,用水定容,摇动1 min后,将溶液倒入预先干燥的小烧杯,置电瓷搅拌器上,在不断搅拌下喷入火焰,以空白溶液作参比,直接喷入火焰,记录积分5秒的吸光度,绘制工作曲线,计算铬含量。

2 结果与讨论

2.1 悬浮液的选择

选取绿茶、红茶、乌龙茶、茉莉花茶各0.5 g 5分分别置于25 mL比色管中,加入不同悬浮剂,振动3 min,静置,计时,观察悬浮液的稳定情况(如液面有无清液层、管底是否出现下沉的样品、悬浮液是否均匀等)见表1。可见,琼脂溶液悬浮能力最为理想,并且随浓度增大,悬浮能力增加,其他悬浮剂结果均不理想,综合考虑试液粘度等对分析的影响,选用1.5 g/L琼脂作悬浮剂。悬浮液稳定性还随样品浓度的增大而降低,如取乌龙茶0.5、1.0、2.0 g,稳定时间为20、17、12 min。

表1 悬浮剂的选择

悬浮剂 (除琼脂外浓度均为5%)	绿茶	悬浮液稳定时间/min		
		红茶	乌龙茶	茉莉花茶
阿拉伯树胶	3	4	1	2
吐温80	5	3	2	2
Triton X-100	6	4	3	4
十二烷基苯磺酸钠	2	1	1	2
琼脂溶液(1.0 g/L)	46	30	15	40
琼脂溶液(1.5 g/L)	60	40	20	48
琼脂溶液(2.0 g/L)	70	45	30	60

2.2 干扰考查

根据文献^[4]介绍,火焰原子吸收光谱法测定铬,铁、镍的存在会抑制铬的吸收。我们对标准样品进行测试,结果与文献介绍相同,见表2。加入100 g/L Na_2SO_4 2 mL 可完全消除铁、镍对铬测定的干扰。

2.3 分析方法选择

分别用工作曲线法和标准加入法测定,前者

的测定结果显著偏低,这是因为茶叶中铬含量较小,为获得测定准确度要求的足够吸光度(通常大于0.1),必须使用大浓度的悬浮液作试液,使得试样粘度增大,影响吸样速率及雾化效率。本文采用标准加入法测定,克服了主要由试液粘度造成的物理干扰。

表2 共存元素的干扰及消除

样品	Na_2SO_4 加入量/mL	吸光度
红茶	0	0.202、0.206、0.198
红茶	2	0.331、0.335、0.329
绿茶	0	0.138、0.134、0.140
绿茶	2	0.228、0.225、0.231

2.4 回收率实验

按实验方法进行加标回收率实验,测定结果见表3。

表3 回收率实验

样品	含量 $(\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1})$	定容后浓度 $(\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$	加入量 $(\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1})$	测得值 $(\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1})$	回收率/%
绿茶	4.25	0.054	0.07	0.125	101.4
			0.08	0.137	103.8
红茶	6.16	0.079	0.07	0.146	95.7
			0.08	0.162	103.7
乌龙茶	5.30	0.068	0.07	0.136	97.1
			0.08	0.147	98.8
茉莉花茶	4.99	0.064	0.07	0.136	102.9
			0.08	0.142	97.5

2.5 样品分析及方法精密度实验

按实验方法进行样品分析,测定结果见表4,同时列出了灰化法测定结果,以进行比较。*t*检验表明,两种方法之间无显著性差异,这说明可以用悬浮液进样技术取代干灰化法处理样品,以火焰原子吸收光谱法测定茶叶中的铬。

表4 悬浮液进样法和灰化法的样品分析结果($n=6$)

样品	悬浮液进样法		灰化法	
	平均含量 $(\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1})$	RSD/%	平均含量 $(\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1})$	RSD/%
绿茶	4.30	3.5	0.152	7.9
红茶	6.21	1.8	0.202	6.4
乌龙茶	5.22	2.7	0.307	8.7
茉莉花茶	4.78	3.9	0.118	6.3

参考文献

- 中华人民共和国国家标准.GB/T14962-94 食品中铬的测定方法[S].北京:中国标准出版社,1994
- 何桂华,张欣,周波,张青.悬浮液直接进样石墨炉原子吸收光谱法测定食品中砷,理化检验[J].1999,35(10):37-

3 刘立行,同峰,马学良等.乳浊液及悬浮液进样火焰原子吸收光谱法测定金施尔康中的微量元素,分析实验室[J].2001,20(7):90-91

4 李述信.原子吸收光谱分析中的干扰及消除,北京:北京大学出版社[M].1989,107-110

Determination of Chromium in tea by Suspension Sampling - Flame Atomic Absorption Spectrometry

DING Bao-hong, HUANG Zhong-dong, TIAN Gui-zhi

(Fushun Higher Vocational Technology Institute, Liaoning Fushun 113006, China)

Abstract: The tea was suspended in agar sol and made into suspension. The test solution was injected into air-acetylene flame to determine chromium by flame atomic absorption spectrophotometry. The method was convenient, rapid and accurate. Determination results were consistent with those obtained by ashing method. The t-test showed that no difference was found between the two methods. The relative standard deviation was 3.4% ~ 6.1% and the recovery was 95.7% ~ 103.8%.

Key words: Suspension sampling; Flame atomic absorption spectrometry; Tea; Chromium

(上接第238页)

酸溶达到了检测的目的。Nitroso-Rsalt 分光光度法灵敏度高,操作简单方便。工作曲线稳定,重复

性好。方法准确度高,测定结果与 Co^{2+} -Br-PADAP 分光光度法一致, t 检验表明 2 种方法的分析结果无显著差异。

Determination of Cobalt in FKH - 01 Gasoline Without Liquid Alkali Sweetening catalyst by Nitroso - Rsalt Spectrophotometry

NIU Wan-chun, ZHANG Ping

(Fushun Research Institute of Petroleum and Petrochemicals, Fushun, Liaoning, 113001, China)

Abstract: Co^{2+} -Nitroso-Rsalt (1-Nitroso-2-naphthol-3,6-disulphonic acid disodium salt) coloured system was used to determine cobalt in FKH - 01 gasoline without liquid alkali sweetening catalyst. The measuring and calcinating conditions were studied. After samples calcinating at 800 °C for at least 1 h, COO was dissolved by HCl solution. The molar absorption coefficient ϵ at 530nm was $1.03 \times 10^3 \text{ L/(mol} \cdot \text{cm)}$. The linear range was 0 ~ 0.05 mg/mL. Determination results of this method were in accordance with those obtained by the methods of 5-Br-PADAP. The t-test showed that there was no significant difference between the two methods. This method had the advantages of simplicity, high sensitivity and good accuracy.

Key words: Spectrophotometry; Sweetening catalyst; Cobalt

武汉现代工业技术研究院用废旧塑料生产包装用托盘

近日,武汉现代工业技术研究院的科研人员,采用 PE、PP、PVC 废旧塑料和农作物秸秆及木质纤维等材料开发成功了新型环保工业用包装托盘生产技术,并通过了湖北省科技厅鉴定。应用该技术不但可以生产包装用托盘,并且可生产多种工业用包装材料,如包装箱、支撑架、防潮垫仓板、建筑用模板等制品。该产品除具有硬度高、装饰性好、防潮防腐、不虫蛀、抗静电、阻燃等优点外,其使用寿命比一般木质包装材料长达 5 倍以上,与新塑料制成的包装材料使用寿命一样,而成本可降低 50% 以上。