

# 微波消解——原子吸收法测定茶叶中的铅和铜

林捷, 柯华

(福州市卫生防疫站, 福州 350004)

**摘要** 测定茶叶中的卫生指标铅、铜的预处理方法, 一般采用湿法消化或干法灰化, 这两法消化耗时, 耗酸量大、易造成元素挥发或污染、且对检验员身体也有一定的危害。本文介绍用上海新科微波溶样测试研究所生产的 MK-III型微波消解仪对茶叶进行消化, 具有快速、高效、简便、节约试剂, 空白值低等优点。用本法消解测定茶叶中的铅、铜, 结果平均回收率铅为 92.2~103.3%, 铜为 93.1~105.9%, 随机选定三份茶叶样品进行三次重复测定, 铅变异系数为 1.3~3.2%, 铜变异系数为 2.6%~4.5%。

**关键词** 微波消解; 茶叶; 铅; 铜

福建盛产茶叶, 但是由于茶叶在生长过程中易吸附土壤中的重金属元素, 存在重金属污染问题。我站每年检测茶叶产品近 300 件。如此大量的茶叶前处理如果用传统的湿法消化或干法灰化, 费工费时, 劳动强度大, 消耗试剂量大, 易污染环境, 危害化验员健康。而改用微波消解预处理样品, 用酸量大大减少, 简单快捷, 大大提高工作效率, 且空白低, 无样品挥发损失及玷污。该方法的精密度和准确度较好, 现报告如下:

## 1 材料与方方法

1.1 仪器 (1)日本岛津 AA-680 型原子吸收分光光度计 (2)上海新科 MK-III型压力自控微波溶样系统 (3)电子天平 (1/1000) (4)恒电热板

1.2 试剂 (1)铅标准储备液 (国家标准物质研究中心) 1000ug/ml (2)铜标准储备液 (国家标准物质研究中心) 1000ug/ml (3)硝酸 (4)过氧化氢 (所用的试剂均为分析纯, 实验用水均为超纯水, 所用的器皿均用 10%硝酸浸泡过夜处理。)

1.3 样品消化 用食品粉碎机将茶叶样品磨成粉状, 准确称取 0.500g于聚四氟乙烯消化罐中, 加入 3 mlHNO<sub>3</sub>、2 mlH<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 待反应平稳后, 盖上杯盖, 放入工程塑料外套中置于微波溶样炉内, 设置压力从一档至三档 (0.5 MPa、1.0 MPa、1.5 MPa) 定量梯度加压消解。时间 5-10min内消化完全, 取出消解罐, 冷却后开罐, 把聚四氟乙烯溶样杯置于 120℃电热板上赶氮氧化物至溶液约 1 ml。冷却后转移至 10 ml比色管中, 少许去离子水冲洗消化罐, 洗液并入比色管内, 稀释至刻度,

摇匀待测。

#### 1.4 仪器工作条件（见下表）

元素	测定方式	波长 (nm)	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)
铅	石墨炉	283.3	1.0	6
铜	火焰	324.8	0.6	5

#### 1.5 测定

1.5.1 石墨炉原子吸收法测定铅 吸取铅标液配成 0、10、20、30、40、50 ng/ml 标准系列，依次测定标准系列吸光度后，再测定样品消化液直读浓度，计算结果。

1.5.2 火焰原子吸收法测定铜 吸取铜标液配成 0.00、0.10、0.50、1.00、2.00、3.00 ug/ml 标准系列，依次测定标准系列吸光度后，再测定样品消化液直读浓度，计算结果。

## 2 结果

### 2.1 铅的测定结果

2.1.1 铅的回归方程： $Y=0.00528X+0$ ， $r=0.9993$

2.1.2 最小检出限 对全试剂空白进行 10 次平行测定，按 3 倍标准差计算出该方法的最低检出限为 0.052ug/L。

2.1.3 精密度及准确度 随机选定三个茶叶样品，分别进行三次测定，RSD 为 1.3%~3.2%。用三份茶叶分别加入 0.40、0.80 标准应用液进行加标回收试验，回收率达 92.2%~106.3%。

### 2.2 铜的测定结果

2.2.1 铜的回归方程： $Y=0.187X+0.0015$ ， $r=0.9999$

2.2.2 最小检出限 对全试剂空白进行 10 次平行测定，按 3 倍标准差计算出该方法的最低检出限为 8.6ug/L。

2.2.3 精密度及准确度 随机选定三个茶叶样品，分别进行三次测定，RSD 为 2.6%~4.5%。用三份茶叶分别加入 0.40、0.80 标准应用液进行加标回收试验，回收率达 93.1%~105.9%。

## 3 讨论

3.1 样品预处理是整个分析测试过程中最关键的环节。而微波消解技术是比较先进的样品预处理技术，它能直接穿透样品的内部，里外同时加热，促进酸与样品

更有效地接触，大大缩短了消化时间，且消解效果好。本试验中茶叶是较难消化的样品，用湿法或干法消化约需 4~8h，而用本法仅需 10min。

3.2 用微波消解法测定茶叶中的铅、铜与国标规定的干湿法消解的测定结果无显著性差异，精密度与准确度都符合要求。同时该方法试剂用量少，无挥发损失，减少了污染，空白值低，操作简便，效果理想。适用于茶叶及其它食品中多种金属元素的测定（一次消解可测定多种元素）。总之，使用微波消解法可大大提高工作效率，结果准确可靠。

### 参 考 文 献

- [1] 陈宏靖. 微波消解技术测定食品中微量元素(J). 中国卫生检验杂志, 2002, 10 (5): 577~578.
- [2] 杨惠芬等编. 食品卫生理化检验标准手册(M). 北京: 中国标准出版社, 1997.
- [3] 上海新科微波技术应用研究所. MK-III型压力自控微波溶样系统操作手册. 上海:1999 (内部资料).