# FAAS 法测定原生态茶叶中的微量铁

蒋天智 $^1$ ,吴铭强 $^2$ ,周 志 $^1$ ,周 昊 $^1$  (1. 凯里学院化学系,贵州凯里 556000;2. 贵州省黔东南州农牧局土肥站,贵州凯里 556000)

摘要 [目的]测定原生态雷山绿茶、雷山清明茶、黎平绿茶、黎平清明茶中的微量元素铁含量。[方法]样品经烘干、研磨,湿法消解,用火焰原子吸收光谱法(FAAS)测定微量元素铁。[结果]方法的线性范围为 $0\sim5.000~\mu g/ml$ ,标准曲线相关系数r为0.999~8,特征浓度为 $0.005~4~\mu g/ml$ ,检出限为 $0.037~0~\mu g/ml$ ,相对标准偏差RSD~分别为~0.23%、0.50%、0.55%、0.48%,加标回收率为 $98.5\%\sim100.8\%$ 。[结论]该方法准确度高,精密度好,方法简便,用于实际样品测定,结果满意。

关键词 火焰原子吸收光谱法;原生态;茶叶;铁

中图分类号 0657.3 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2008)26-11399-02

#### Determination of Trace Iron in Original Ecological Tea by FAAS

JIANG Tian-zhi et al (Department of Chemistry, Kaili University, Kaili, Guizhou 556000)

Abstract [Objective] Trace iron contents in Leishan green tea, Leishan Qingming tea, Liping green tea and Liping Qingming tea were detected. [Method] After drying, grinding and wet-way digestion, trace iron content was measured by FAAS. [Result] The linear range was 0 – 5.000  $\mu$ g/ml with the correlation coefficient of calibration curve (r) being 0.999 8. the characteristic concentration was 0.005 4  $\mu$ g/ml and the detection limit was 0.037  $\mu$ g/ml. RSD were 0.23%, 0.50%, 0.55% and 0.48%, respectively. The recovery of standard addition was 98.5% – 100.8%. [Conclusion] The method was simple, high precision and accuracy with satisfactory results.

Key words Flame atomic absorption spectrometry; Original ecology; Tea; Iron

茶叶为山茶科植物山茶的叶芽,是我国的一种传统饮料,有非常悠久的历史。茶叶中除含有丰富的维生素、茶多酚、氨基酸等营养物质外,还含有较丰富的微量元素,其中含有人体必需的微量元素 14 种,茶叶中的微量元素已越来越受到人们的重视<sup>[1]</sup>。黔东南苗族侗族自治州所产的茶叶品质优异,香气高锐持久,滋味醇厚鲜爽,是原生态的安全保健绿色饮料。因此,测定黔东南苗族侗族自治州所产茶叶中微量元素铁的含量具有重要意义。茶叶中微量元素铁的测定方法较多<sup>[2-9]</sup>,笔者用火焰原子吸收光谱法测定了黔东南苗族侗族自治州所产的雷山绿茶、雷山清明茶、黎平绿茶、黎平清明茶中的铁含量。结果表明,该方法的精密度好,准确度高,检出限较低,结果满意。

### 1 材料与方法

1.1 材料 供试茶叶品种为产自黔东南苗族侗族自治州的 雷山绿茶、雷山清明茶、黎平绿茶、黎平清明茶。主要仪器有 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;AR2140 电子分析天平,奥豪斯国际上海贸易公司;超 纯水发生器 Ne\* UP-1000,韩国 HUMAN 公司;铁空心阴极灯;电热鼓风干燥箱 DF-205,北京;电热板。主要试剂有铁质量浓度为 1 000 μg/ml 标准贮备液,购自国家标准物质研究中心;HNO<sub>3</sub>、HClO<sub>4</sub> 均为优级纯,混合酸消化液为 HNO<sub>3</sub>:HClO<sub>4</sub> = 3:1;试验用水为超纯水。

# 1.2 方法

- **1.2.1** 最佳仪器工作条件。经正交试验优化组合,测定铁元素的最佳仪器工作条件。
- 1.2.2 玻璃器皿的处理。试验中所用玻璃器皿均用硝酸 (V/V=1:1)浸泡 24 h 以上,用超纯水冲洗干净备用。
- 1.2.3 样品采集与处理。从产地8个点分别购买雷山绿茶、雷山清明茶、黎平绿茶、黎平清明茶的包装成品各100g,

基金项目 黔东南民族高等师范学校 2006 年校级规划课题(Z0611)。 作者简介 莲子恕(1959 - ) 累 贵州校江人 教授 从事分析化学及公

作者简介 蒋天智(1959-),男,贵州榕江人,教授,从事分析化学及仪器分析的教学与研究。

收稿日期 2008-06-17

分别将茶样混合均匀,按照四分法进行3次缩分后,分别置于105℃干燥箱中烘至恒重。研磨成粉末后准确称取0.3000g,放入250ml锥形瓶中,加入混合酸消化液15ml,小心摇动,使混合酸液面浸没样品,盖上表面皿,静置过夜,摇匀,在电热板上小心加热消化至消化液为无色透明近干时,再加5ml水,加热除去多余的硝酸,取下锥形瓶冷却,将试液转入100ml容量瓶中,用每升含1ml浓硝酸的超纯水洗涤锥形瓶3次,洗液转入容量瓶中,定容,摇匀待测。取与消化试样相同量的混合酸消化液,按上述操作处理试剂空白。

1.2.4 试验方法。按仪器最佳工作条件,积分时间5s,重复测量3次,用每升21 ml 浓硝酸的超纯水校零,分别将空白溶液、标准系列工作溶液和样品溶液喷入火焰,测量吸光度。以吸光度 4 对质量浓度 2 作标准曲线,求出样品中铁元素的质量浓度。

## 2 结果与分析

**2.1** 仪器工作条件的选择 为了确保测定结果准确可靠,Fe 的分析线选 248.3 nm,空气流量为 6 L/min, 氘灯做背景,用  $L_{\rm p}(3^4)$ 安排正交试验,因素水平方案见表 1,试验方案和结果见表 2。结果表明,各因素的极差  $R_{\rm c} > R_{\rm B} > R_{\rm A} > R_{\rm D}$ ;因素间的优化组合为: 灯电流 3.0 mA,光谱带宽 0.1 nm,燃烧器高度 6 mm,乙炔流量 1.8 L/min。

表 1 正交试验因素水平方案

Table 1 Factor and level schemes of orthogonal test

	因素 Factor							
水平	A 灯电流//mA	B 光谱带宽//nm	ı C 燃烧器高度	D 乙炔流量				
Level	Lamp	Spectrum	mm	L/min				
	current	band width	Burner height	Acetylene flow				
1	3	0.1	6	1.6				
2	4	0.2	7	1.7				
3	5	0.4	8	1.8				

2.2 标准曲线的绘制 准确配制标准系列溶液浓度范围为:0、0.500、1.000、1.500、2.000、3.000、4.000、5.000 μg/ml。 采用火焰原子吸收光度法进行测定,根据测定结果可得到校 准曲线。线性回归方程:

 $A = 0.062 \ 6[C] + 0.016 \ 3$ ,相关系数  $r = 0.999 \ 8$ ,线性范围  $0 \sim 5.000 \ \mu \text{g/ml}$ 。

表2 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>)正交试验结果

Table 2 Result of L<sub>9</sub> (3<sup>4</sup>) orthogonal test

试验号	Α.	D	C	D	吸光度
Test No.	A	В	С	D	Absorbency
1	1	1	1	1	0.206
2	1	2	2	2	0.170
3	1	3	3	3	0.108
4	2	1	2	3	0.176
5	2	2	3	1	0.091
6	2	3	1	2	0.147
7	3	1	3	2	0.103
8	3	2	1	3	0.191
9	3	3	2	1	0.047
$\overline{k_1}$	0.484	0.485	0. 544	0. 344	
$k_2$	0.414	0.452	0. 393	0.420	
$k_3$	0.341	0.302	0.302	0.475	
R	0.143	0.183	0.242	0.131	

2.3 样品测定 按照试验方法将消化好的样品溶液直接喷入火焰,测量其吸光度,从标准曲线求出样品中铁元素的质量浓度后,计算出样品中铁元素的含量。结果表明,雷山绿茶、雷山清明茶、黎平绿茶、黎平清明茶铁元素的含量分别为137.8、129.6,145.3 和136.5 mg/kg。

### 2.4 特征浓度和检出限

- 2.4.1 特征浓度。配制铁质量浓度为1.000 μg/ml 的试液,按照试验方法操作,平行测量吸光度 11 次,取吸光度的平均值,计算其特征浓度,结果为0.005 4 μg/ml。
- 2.4.2 检出限。按照样品处理方法配制 11 个空白溶液,喷入火焰进行平行测定,计算其标准偏差  $\sigma$ ,由标准曲线的斜率 K 计算检出限  $3\sigma/K$ ,结果为  $0.037~\mu g/ml$ 。

#### 2.5 方法的精密度与回收率

- 2.5.1 方法的精密度。准确称取 0.300 0 g 雷山绿茶、雷山清明茶、黎平绿茶、黎平清明茶各 1 份进行处理,按照试验方法平行测定 9 次,结果见表 3。
- 2.5.2 回收率。准确称取雷山绿茶 0.300 0 g 3 份,分别加

表 3 精密度试验结果

Table 3 Result of precision test

样品		1	Fe 含量测	則定值 Me	easured v	alue of F	e//mg/k	g		- SD // %	RSD // %
Sample	1	2	3	4	5	6	7	8	9	SD // %	K3D// %
雷山绿茶 Leishan green tea	137.8	138.2	137.5	137.8	137.4	137.9	138.3	137.5	137.6	0.32	0.23
雷山清明茶 Leishan Qingming tea	129.3	129.5	128.9	130.5	128.5	130.3	129.8	129.7	130.1	0.65	0.50
黎平绿茶 Liping green tea	145.1	145.3	147.2	145.8	144.7	145.2	144.7	144.8	145.9	0.80	0.55
黎平清明茶 Liping Qingming tea	136.8	136.3	135.7	135.2	137.1	135.6	136.1	136.6	136.9	0.65	0.48

人一定量的标准溶液,按样品处理方法进行处理,按试验方法进行试验,结果见表 4。由表 4 可见,该方法的回收率为 98.5% ~100.8%。

表 4 样品加标回收试验

Table 4 Recovery test of sample addition

原值//mg/kg	加标//mg/kg	测定值//mg/kg	回收率 //%
Original value	Sample addition	Measured value	Recovery rate
137.8	20	157.5	98.5
	30	167.6	99.3
	40	178.1	100.8

**2.6** 标准曲线法与标准加入法 试验发现,标准曲线法与标准加入法所得直线的斜率一致,说明可以用标准曲线法来测定样品中的微量元素铁。

### 3 结论

- (1)用 FAAS 法直接测定原生态茶叶中的微量元素铁, 准确度高,精密度好,方法简便,结果令人满意。
  - (2)原生态的雷山绿茶、雷山清明茶、黎平绿茶、黎平清

明茶中微量元素铁的含量较高,常以黔东南苗族侗族自治州 原生态的绿色食品茶叶作为饮料,能补充人体必需的微量元 素铁等,促进人体健康。

## 参考文献

- [1] 蒋天智,唐文华,文正康.饮茶与人体健康[J].黔东南民族师范高等专科学校学报,2006,24(3):23-24.
- [2] 蒋天智,周志,吴铭强. 火焰原子吸收光谱法测定从江椪柑中的微量铁[J]. 安徽农业科学,2007,35(21):6348,6354.
- [3] 肖忠峰,韩岩君,党艳秋,等. 火焰原子吸收光谱法测定播娘蒿中微量元素含量[J]. 安徽农业科学,2007,35(33):10575,10577.
- [4] 严和平,张举成,刘卫,等. 火焰原子吸收光谱法测定蜂洞柑桔中的微量元素含量[J]. 安徽农业科学,2007,35(26):8079-8080.
- [5] 梁保安,付华峰. 原子吸收光谱法测定花粉中的微量元素[J]. 光谱学与光谱分析,2007,27(8):1640-1643.
- [6] 潘建芳. 火焰原子吸收光谱法测定奶类食品中铜锌铁锰[J]. 理化检验 - 化学分册,2007,43(3):209-210.
- [7] 梁保安,张富捐. 火焰原子吸收光谱法测定兰州百合中的 8 种微量元素[J]. 光谱学与光谱分析,2007,27(4):813-815.
- [8] 薛国庆,刘青,韩玉琦. 火焰原子吸收法测定栽培小茴香中 13 种金属元素含量[J]. 光谱学与光谱分析,2006,26(10):1935 1938.
- [9] 唐清, 左嘉平. 火焰原子吸收光谱法测定苋菜中 8 种矿物元素 [J]. 化学试剂,2006,28(2):101-103.