

# The Element Determination of Dark Tea with Microwave Digestion and Flame Atomic Absorption Spectrophotometry

Mixia Ma<sup>1,3</sup>, Xie Han<sup>2,3</sup>, Wenxiang Hu<sup>2,3\*</sup>

<sup>1</sup>Beijing Union University, Beijing

<sup>2</sup>School of Chemical Engineering and Pharmacy, Wuhan Institute of Technology, Wuhan Hubei

<sup>3</sup>Xianghu Microwave Chemistry Union Laboratory in North China, Beijing Excalibur Space Military Academy of Medical Sciences, Beijing

Email: mixia107@163.com, \*huwx66@163.com

Received: Jul. 29<sup>th</sup>, 2017; accepted: Aug. 18<sup>th</sup>, 2017; published: Aug. 24<sup>th</sup>, 2017

---

## Abstract

The content of different metal elements in dark tea was determined by Flame Atomic Absorption Spectrometry (AAS), and the samples were digested with microwave irradiation in HNO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> acid system. The microwave dissolving conditions and instrument working parameters were optimized. The results show that the content of ferrum in San Shan Chuan dark tea is high and the content of heavy metals plumbum and cadmium is in line with the national standard.

## Keywords

Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS), Microwave Digestion, Dark Tea, Metal Elements

---

# 微波消解 - 火焰原子吸收分光光度法测定黑茶中金属元素的含量

马密霞<sup>1,3</sup>, 韩谢<sup>2,3</sup>, 胡文祥<sup>2,3\*</sup>

<sup>1</sup>北京联合大学, 北京

<sup>2</sup>武汉工程大学化工与制药学院, 武汉

<sup>3</sup>北京神剑天军医学科学院华北祥鹤微波化学联合实验室, 北京

Email: mixia107@163.com, \*huwx66@163.com

收稿日期: 2017年7月29日; 录用日期: 2017年8月18日; 发布日期: 2017年8月24日

---

\*通讯作者。

文章引用: 马密霞, 韩谢, 胡文祥. 微波消解 - 火焰原子吸收分光光度法测定黑茶中金属元素的含量[J]. 微波化学, 2017, 1(1): 22-27. DOI: 10.12677/mc.2017.11005

## 摘要

利用火焰原子吸收分光光度计测定了黑茶中金属元素的含量,采用 $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$ 酸体系消解样品,优化了微波消解条件和仪器工作参数,测定结果表明,三山川黑茶样品中铁元素的含量较高,重金属铅和镉的含量符合国家标准。

## 关键词

原子吸收分光光度计(AAS),微波消解,黑茶,金属元素

Copyright © 2017 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 引言

茶叶是中华民族重要的饮品之一,也是世界人民喜欢的饮品,我国有一半以上的人们都将饮茶作为一种生活习惯。尤其是黑茶,味道浓厚,还具有增加膳食营养、助消化、抗衰老、降血糖、降脂降压、抗菌消炎、利尿解毒、预防肿瘤等诸多功能[1] [2] [3] [4] [5];黑茶中含有多种微量元素,多数微量元素对人体有益,而有些重金属元素,若摄入过多会危害人体健康。因此,把握黑茶制作工艺过程,控制黑茶中重金属含量,对黑茶的品质及饮茶者的身体健康是非常重要的。

目前,茶叶中重金属含量的测定方法主要是原子荧光光谱法(AFS)、原子吸收分光光度法(原子吸收光谱法, AAS)、电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)等[6] [7] [8] [9]。这些方法都是检测重金属的通用方法,常广泛应用于环境样品、食品及中药材的重金属测定。

本文以湖北省咸宁市咸安三山川黑茶为研究对象,采用微波消解—火焰原子吸收分光光度法,对黑茶中的金属元素(Cu, Fe, Zn, Co, Ni, Pb, Cd)含量进行测定;用微波消解法进行样品前处理,比常规方法高效快速、消解完全,可避免待测元素的污染和损失,使测定结果准确可靠,为黑茶产业的可持续发展提供技术支持。

## 2. 实验部分

### 2.1. 仪器与试剂

日立 Z-2000 原子吸收分光光度计,备有 Cu、Fe、Zn、Co、Ni、Pb、Cd 空心阴极灯(日本日立公司);XH-800B 型智能温压双控微波消解仪(北京祥鹤科技发展有限公司),XH-8012 消解赶酸器(北京祥鹤科技发展有限公司)。标准储备液 Cu、Fe、Zn、Co、Ni、Pb 浓度均为 100  $\mu\text{g/mL}$ ,Cd 浓度为 1000  $\mu\text{g/mL}$ ,有证标准物质(中国计量科学研究院国家标准物质中心);所用试剂均为优级纯;水为二次蒸馏水。

### 2.2. 样品前处理—微波消解

称取 0.3000 克粉碎均质后的黑茶样品,放入微波消解专用的聚四氟乙烯内罐中,加入 5 mL 硝酸和 1 mL 双氧水,再将内罐置于 PEEK 外罐中,按表 1 微波消解程序进行消解。消解完毕后冷却至室温。将盛有消解液的内罐置于赶酸器中,设置温度为 130 $^{\circ}\text{C}$ ,加热消解液赶酸至近干(剩余体积约 0.5 mL),冷却;用二次蒸馏水转移消解液于 200 mL 容量瓶中定容,待测。同时做空白试验。

### 2.3. 混合标准溶液

分别移取适量的标准储备液, Cu、Fe、Zn、Co、Ni、Pb 浓度均为 100  $\mu\text{g/mL}$ , Cd 浓度为 1000  $\mu\text{g/mL}$ 。按表 2 配制混合标准工作溶液。

### 2.4. 仪器工作条件

采用标准燃烧头, 原子吸收分光光度计工作条件见表 3 [10] [11]。

## 3. 结果与分析

### 3.1. 微波消解程序的优化

干燥的黑茶样品的消解: 选用两种酸体系进行消解实验, 分别为 5 mL  $\text{HNO}_3$  + 1 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$ , 5 mL  $\text{HNO}_3$  + 1 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$  + 2 mL  $\text{HCl}$ ; 消解程序的选择采用均匀设计法, 共筛选五组方法(见表 4)进行消解实验, 其

**Table 1.** Microwave digestion program

**表 1.** 微波消解程序

| 步骤 | 功率上限(P/W) | 压力上限(MPa) | 升温时间 $t_1$ (min) | 保持时间 $t_2$ (min) | 温度上限( $^{\circ}\text{C}$ ) |
|----|-----------|-----------|------------------|------------------|----------------------------|
| 1  | 400       | 4         | 8                | 4                | 100                        |
| 2  | 400       | 4         | 8                | 4                | 140                        |
| 3  | 400       | 4         | 8                | 4                | 170                        |
| 4  | 400       | 4         | 8                | 25               | 200                        |

**Table 2.** Mixed standard solution concentration ( $\mu\text{g/mL}$ )

**表 2.** 混合标准工作溶液浓度

| 元素 | 0#  | 1#  | 2#  | 3#  | 4#  | 5#  |
|----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| Cu | 0.0 | 0.1 | 0.2 | 0.3 | 0.4 | 0.5 |
| Fe | 0.0 | 0.1 | 0.2 | 0.3 | 0.4 | 0.5 |
| Zn | 0.0 | 0.1 | 0.2 | 0.3 | 0.4 | 0.5 |
| Co | 0.0 | 0.1 | 0.2 | 0.3 | 0.4 | 0.5 |
| Ni | 0.0 | 0.1 | 0.2 | 0.3 | 0.4 | 0.5 |
| Pb | 0.0 | 0.1 | 0.2 | 0.3 | 0.4 | 0.5 |
| Cd | 0.0 | 1.0 | 2.0 | 3.0 | 4.0 | 5.0 |

**Table 3.** The optimal working parameters of apparatus

**表 3.** 最佳仪器工作参数

| 元素 | 波长 $\lambda$ (nm) | 灯电流 I (mA) | 光谱通带宽(nm) | 空气流量(L/min) | 乙炔流量(L/min) |
|----|-------------------|------------|-----------|-------------|-------------|
| Cu | 324.7             | 7.5        | 0.4       | 13.5        | 2.0         |
| Fe | 248.3             | 10.0       | 0.2       | 13.5        | 2.0         |
| Zn | 213.9             | 5.0        | 0.4       | 13.5        | 2.0         |
| Co | 240.7             | 7.5        | 0.4       | 13.5        | 2.0         |
| Ni | 232.0             | 6.0        | 0.2       | 13.5        | 2.0         |
| Pb | 283.3             | 7.5        | 0.4       | 13.5        | 2.0         |
| Cd | 228.8             | 5.0        | 0.4       | 13.5        | 2.0         |

中功率上限为 400 P/W, 压力上限为 4 MPa, 升温时间 8 min。测定黑茶中重金属含量并进行数据比较。通过比较两种不同酸体系的不同消解条件的测定结果, 选出表 4 中第 5 组为消解最完全的程序, 因此选择反应温度为 200℃, 反应时间为 25 min 为最优化消解程序。得到微波消解程序最优方法见表 1。

### 3.2. 方法的线性关系

以吸光度(A)为纵坐标, 以元素浓度( $\mu\text{g/mL}$ )为横坐标绘制工作曲线, 并计算标准曲线回归方程及相关系数, 见表 5, 得到的标准曲线表明, 金属元素浓度在测定过程中线性关系良好, 相关系数皆大于 0.997 (除 Cd 以外), 满足定量分析要求。

### 3.3. 检出限测定结果

本文采用与前处理相同酸体系硝酸-双氧水试剂进行空白测定, 按 3 倍的空白标准偏差计算检出限(见表 6)。

### 3.4. 黑茶样品的测定

#### 3.4.1. 元素含量的计算公式[12]

$$M = c * v / w$$

式中  $M$ : 元素含量( $\text{mg/kg}$ ),  $c$ : 曲线获得浓度( $\mu\text{g/mL}$ ),  $v$ : 定容体积( $\text{mL}$ ),  $w$ : 取样量( $\text{g}$ )

Table 4. Five microwave digestion programs

表 4. 五个微波消解程序

| 序号 | 运行时间(min) | 温度上限( $^{\circ}\text{C}$ ) |
|----|-----------|----------------------------|
| 1  | 5         | 110                        |
| 2  | 10        | 170                        |
| 3  | 15        | 80                         |
| 4  | 20        | 140                        |
| 5  | 25        | 200                        |

Table 5. The Regression equation and correlation coefficients

表 5. 回归方程及相关系数

| 元素 | 回归方程                    | 相关系数   |
|----|-------------------------|--------|
| Cu | $Y = 0.0294X + 0.004$   | 0.9994 |
| Fe | $Y = 0.0518X + 0.001$   | 0.9971 |
| Zn | $Y = 0.1324X + 0.0016$  | 0.9975 |
| Co | $Y = 0.0591X + 0.0003$  | 0.9998 |
| Ni | $Y = 0.0566X + 0.0041$  | 0.9986 |
| Pb | $Y = 0.0113 X + 0.0004$ | 0.9997 |
| Cd | $Y = 0.1792X + 0.0365$  | 0.9908 |

Table 6. Detection limit of detected elements

表 6. 不同元素的方法检出限( $\mu\text{g/ml}$ ) ( $n = 10$ )

| 元素                       | Cu   | Fe   | Zn    | Co   | Pb   | Cd   | Ni   |
|--------------------------|------|------|-------|------|------|------|------|
| 平均浓度( $\mu\text{g/mL}$ ) | 0.01 | 0.01 | 0.005 | 0.01 | 0.02 | 0.01 | 0.01 |

**Table 7.** Measured results of metal elements in dark tea  
**表 7.** 黑茶中金属元素含量的测定结果(n = 5)

| 元素          | Cu   | Fe     | Zn   | Co   | Pb   | Cd   | Ni   |
|-------------|------|--------|------|------|------|------|------|
| 平均浓度(mg/kg) | 9.80 | 344.13 | 0.93 | 6.67 | 2.80 | 0.00 | 4.93 |

### 3.4.2. 黑茶样品中元素含量的测定

黑茶样品中 7 种元素测定结果见表 7。结果表明,黑茶样品中不同种类的重金属元素含量具有明显的差异;铁元素含量最高,锌元素含量最低,镉元素在本次测试中未能检测到(另用石墨炉法可测定黑茶中的镉元素),说明镉的含量低于本次实验的检测限,低于国家标准(镉含量 1 mg/kg)。铅含量也低于国家标准(5.0 mg/kg)。

## 4. 结论

1) 建立了微波消解 - 火焰原子分光光度计测定黑茶中 7 种金属元素 Cu、Fe、Zn、Co、Ni、Pb、Cd 的测定方法,并对各种金属元素的微波消解条件和原子吸收分光光度计测定条件进行了优化。

2) 采用 5 mL HNO<sub>3</sub> + 1 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 酸体系对黑茶样品进行微波消解样品前处理,优化了消解条件,选择了最优消解程序消解黑茶样品。

3) 黑茶样品中 7 种重金属元素含量和市面上一些优质茶叶中元素含量比较接近[13][14][15][16]。重金属铅含量符合国家标准(< 5.0 mg/kg);镉元素在本次测试中未能检测到,说明镉的含量低于本次实验的检测限,符合国家标准(< 1 mg/kg);黑茶样品中铁元素的含量较高,表明常饮黑茶可以补铁,有利于贫血症的预防和食疗。

4) 本方法的线性关系良好,测定检出限较低,表明实验方法准确性好。为黑茶中重金属元素的检测提供了理论依据。

## 参考文献 (References)

- [1] 马密霞, 胡文祥. 黑茶的成分及功效研究进展[J]. 药物化学, 2017, 5(2): 30-38.
- [2] 汤艳, 易健, 彭千元. 安化黑茶药用价值小议[J]. 中华中医药杂志, 2016, 31(9): 3461-3463.
- [3] 谭婷, 刘武嫦, 仇云龙, 等. 茶叶对 IBD 肠道微生物菌群影响研究进展[J]. 茶叶通讯, 2016, 43(3): 37-40.
- [4] 宋鲁彬, 黄建安, 刘仲华, 等. 中国黑茶对消化道肿瘤的作用[J]. 茶叶科学, 2009, 29(3): 191-195.
- [5] Han, C. and Gong, Y.Y. (1999) Experimental Studies on the Cancer Chemoprevention of Tea Pigments. *Journal of Hygiene Research*, **28**, 343-348.
- [6] 傅冬和, 薛志慧, 姚亚丽, 等. 茶叶中重金属及其检测方法研究概述[J]. 茶叶通讯, 2012(3): 27-30.
- [7] 戴琪, 鲍晓霞, 裘慧, 等. 微波消解 - 端视 ICP-AES 测定茶叶中微量重金属元素[J]. 分析实验室, 2008, 27(6): 24-27.
- [8] 陈红梅, 张滨. ICP-MS 法测定茶叶中铅、铬、镉、砷、铜等重金属元素[J]. 食品安全质量检测学报, 2011, 2(4): 19-23.
- [9] 曾超. 氢化物发生 - 原子荧光光谱法及其间接测定技术在食品医药领域的应用进展[J]. 广西中医药大学学报, 2015, 18(3): 75-77.
- [10] 史娟, 李江. 微波辅助消解火焰原子吸收光谱法测定茶叶中的微量元素[J]. 江苏农业科学, 2015, 43(11): 380-382.
- [11] 李春荣, 孟铁宏, 刘仕云. 微波消解 - 火焰原子吸收法研究菏泽牡丹花茶中微量元素的溶出特性[J]. 食品科技, 2014(2): 283-286.
- [12] 吴礼康, 邹晓春. 原子吸收分光光度法测量茶叶中六种微量元素[J]. 现代预防医学, 2003, 30(5): 686-686.
- [13] 张清海, 廖朝选, 林绍霞, 等. 微波消解 ICP-MS 同时测定茶叶中的 35 种元素[J]. 贵州科学, 2012, 30(6): 40-44.
- [14] 陈姚, 张宏, Chen Yao, 等. 湿法消解 - 火焰原子吸收光谱法测定两种茶叶中锌、铁、铜、锰的含量[J]. 绵阳师范学院学报, 2014, 33(11): 45-48.

- 
- [15] 韦琳骥, 李丽华, 张金生, 等. 微波消解-MPT-AES 法同时测定绿茶中锰、锌、铜、铁、铬、硒[J]. 食品工业科技, 2011(12): 458-461.
- [16] 傅明, 陈新焕, 杨万彪, 等. 微波消解 ICP-AES 法测定茶叶中铅、砷、铜、铁、锌、硒等 12 种元素的含量[J]. 食品科学, 2001, 22(11): 76-78.

**期刊投稿者将享受如下服务:**

1. 投稿前咨询服务 (QQ、微信、邮箱皆可)
2. 为您匹配最合适的期刊
3. 24 小时以内解答您的所有疑问
4. 友好的在线投稿界面
5. 专业的同行评审
6. 知网检索
7. 全网络覆盖式推广您的研究

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: [mc@hanspub.org](mailto:mc@hanspub.org)