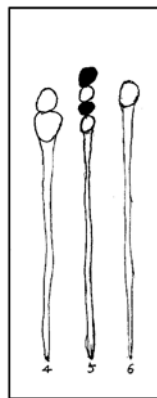
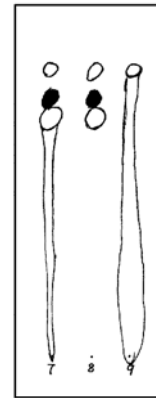


1. 样液 2 μL ;
 2. 样液加对照品各 2 μL ;
 3. 对照品 2 μL ;
- 蓝紫色荧光



4. 对照品(未净化) 2 μL
 5. 试样(柱净化) 2 μL ;
 6. 试样(未净化) 2 μL ;
- 蓝白色荧光



7. 对照品(柱净化) 10 μL
8. 对照品(柱净化) 20 μL
9. 试样(柱净化) 20 μL ;

图 松果菊薄层色谱图

2.3 点样量的影响 如果将点样量增加至 10~ 20 μL , 则如色谱图中点 7, 8 所示, 对照品分不出 4 个荧光点, 试样点只能分出 1 个荧光点和 1 条长荧光带, 虽然试样都是经过 XAD- 4 柱净化的, 原点上杂质量多仍影响分离效果。

2.4 空气湿度的影响 控制的办法是在展开槽盖内侧贴上水饱和的滤纸条, 展开槽内溶剂需饱和 15~ 30 min。

2.5 本实验中使用的 XAD- 4 树脂经多次再生后使用, 效果仍然很好。

中图分类号: S567.2 文献标识码: B 文章编号: 1004-8456(2000)01-0011-02

电感耦合等离子发射光谱法同时测定茶叶中的七种微量元素

杨 君 张耀亭

(天津市卫生防病中心, 天津 300011)

茶叶中微量元素的测定比较常见的有分光光度法, 原子吸收光谱法和离子选择电极法等,^[1] 这些方法往往灵敏度较低, 对于多元素的测定需要几种方法联用、费时费力。本文采用电感耦合等离子发射光谱法(ICP)同时测定了茶叶中的七种微量元素, 具有灵敏度高、线性范围宽、元素之间相互干扰少、稳定性好等优点。分析速度快、多种元素同时测定只需 1 min 左右, 方法的相对标准偏差小于 2.6%。

1 材料与方方法

1.1 仪器 ICP- 61 型发射光谱仪(美国热电公司产, 带有 IBM 微机控制。功率: 1.1 kw; Ar 冷却气: 15 L/min; Ar 载气: 0.6 L/min; 观察高度: 16 mm; 狭缝宽度: 20 μm ; 被测元素波长: Mg 279.5 nm, Ca 317.9 nm, Fe 259.9 nm, Cu 324.7 nm, Zn 213.8 nm, Ni 231.6 nm, Sr 407.7 nm。内标元素波长: Cd 228.8 nm。

1.2 试剂 盐酸(GR)、硝酸(GR)。

标准储备液 称取光谱纯镁、铁、铜、锌、镉各 1.00 g, 分别用 30 mL 1+1 盐酸加热溶解定容至 1 000 mL, 此溶液中各元素浓度为 1.00 mg/mL。在 50 mL 水中加入 20 mL 盐酸(GR) 溶解 2.498 g 碳酸钙(GR), 定容至 1 000 mL, 此溶液钙浓度为 1.00 mg/mL。称取光谱纯镍粉 1.00 g, 溶于少量硝酸(GR) 加热蒸至近干, 用少量硝酸(GR) 将残液全量转移至 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度, 此溶液镍浓度为 1.00 mg/mL。称取 2.415

g 硝酸锶(光谱纯)溶于少量硝酸(0.2 mol/L 稀释至 1 000 mL 容量瓶中,此溶液锶浓度为 1.00 mg/mL)。

标准应用液 吸取上述储备液各 10.00 mL 置于 1 000 mL 容量瓶中加水稀释至刻度,此溶液中各元素的浓度均为 10 μg/mL。

试验用水 本试验用水全部采用蒸馏水经两次离子交换树脂交换后的去离子水。

1.3 校正曲线的绘制 以去离子水溶液(含内标物 Cd,其浓度为 10 μg/mL)为低标,以 10 μg/mL 各元素混合物标准液(标准应用液)为高标,调仪器的冲洗时间为 60 s,曝光积分时间 5 s,曝光 3 次,上机分析低标和高标。绘出各元素的强度对浓度值的校正曲线,并于微机内储存。

1.4 试样的前处理及分析 取 1.0 g 茶叶于高压密封消化罐中,加入 10 mL 硝酸(GR)浸泡 1 d,在烤箱中 140 °C 温度下加热消化 4 h,冷却后将消化液转移到 50 mL 小烧杯中蒸发至近干,移入 25 mL 试管,用微量注射器加入 1.00 mg/mL Cd 标准液 250 μL,加水至刻度混匀。以与校正曲线相同的仪器条件上机分析,并将校正因子改为 25。分析后微机自动打印分析结果。

2 结果与讨论

2.1 前处理方法筛选

我们选择了 4 种茶叶(红楼花茶、津福花茶、宁红保健茶、龙诞甜茶)作为试样,分别用(1)高压密

封消化罐消化;(2)20%硝酸浸泡;(3)3%硝酸浸泡。3 种方法消化后,分别上机测定,结果表明:用高压密封消化罐消化方法最好,其他两种消化方法的测定值只相当于高压消化罐消化法的 50%~80% 左右。以红楼花茶的测定结果为例,见表 1。

2.2 检出限及线性范围 本方法同时测定每个元素的 10 次空白强度的标准偏差 s 和校正曲线的斜率系数 A ,根据公式 $DL = 3sA$ 计算出最小检出限:钙 0.001 mg/kg、镁 0.0001 mg/kg、铁 0.0005 mg/kg、铜 0.0002 mg/kg、锌 0.0004 mg/kg、镍 0.001 mg/kg、锶 0.0001 mg/kg。曲线线性范围宽是等离子发射光谱的最大特点,在以下浓度范围内曲线具有良好的线性关系。钙 < 1 000 mg/L、镁 < 50 mg/L、铁 < 200 mg/L、铜 < 200 mg/L、锌 < 150 mg/L、镍 < 200 mg/L、锶 < 100 mg/L。

2.3 精密度试验 将同一试样的消化液分成 6 份,每天测定 1 份,连续测定 6 d,测定结果见表 2。

2.4 标准试样的测定 采用本方法对国家标准物质茶叶(GBW 08505)连续 3 次测定,测定值在标准值允许误差范围内。见表 3。

2.5 试样的测定 采用本方法对 10 种不同产地的茶叶试样进行了定量分析,结果见表 4。

3 小结

利用电感耦合等离子发射光谱法同时测定茶叶中的七种微量元素,具有灵敏度高、干扰少、线性范围宽、

表 1 3 种消化方法的测定结果比较

消化方法	mg/kg						
	Mg	Ca	Fe	Cu	Zn	Ni	Sr
高压消化罐	1453	3014	141	15.3	32.5	3.18	13.7
20%硝酸浸泡	1216	2502	117	12.7	26.0	2.60	11.4
3%硝酸浸泡	1133	2175	101	11.0	2.34	2.22	9.89

表 2 精密度试验($n = 6$)

元素	mg/kg					
	红楼花茶		宁红保健茶		龙诞甜茶	
	\bar{x}	RSD %	\bar{x}	RSD %	\bar{x}	RSD %
Mg	1445	0.746	1604	0.736	2450	0.88
Ca	2972	0.789	4482	1.46	6404	0.97
Fe	140.3	0.669	614.2	1.10	960.6	0.69
Cu	15.61	2.69	20.28	2.33	22.77	1.74
Zn	32.36	1.18	38.29	0.846	38.26	0.827
Ni	3.26	3.89	4.26	7.11	3.88	8.3
Sr	13.96	0.78	22.52	1.36	34.47	2.1

表 3 标准值与测定值对照($n = 3$)

元素	标准值 mg/kg	测定值 \bar{x} mg/kg	RSD %
Mg	2240 ± 190	2204	0.088
Ca	2840 ± 210	2630	0.854
Fe	373 ± 23	350.3	0.10
Cu	16.2 ± 1.9	16.41	1.62
Zn	38.7 ± 3.9	37.56	0.546
Ni	7.61 ± 0.48	7.66	1.89
Sr	10.8 ± 1.8	10.88	1.46

操作简单快速,是多元素同时测定的一种理想方法。

表4 10种不同产地茶叶试样的测定结果

试样名称	mg/kg						
	Mg	Ca	Fe	Cu	Zn	Ni	Sr
滇红枣茶(河北)	1495	3193	765.3	39.93	37.27	4.03	15.01
桃红花茶(天津)	2363	5219	1102.0	38.79	52.47	11.3	18.32
闽东花茶(福建)	2268	4532	623.3	41.35	71.79	8.22	21.07
茉莉花茶(福建)	2601	4762	436.1	43.42	77.23	6.76	23.82
上海健茶	2957	9160	377.0	21.70	43.92	4.89	39.36
绞股蓝茶(广西)	5551	2190	718.8	12.58	56.38	2.76	17.3
北方茶叶(天津)	3047	6859	502.7	45.45	60.03	10.08	27.17
红桥花茶(天津)	2651	4595	340.4	35.05	49.15	8.96	19.34
天津花茶	2541	5224	505.8	32.73	48.6	7.80	20.42
叶舟保健茶(南京)	2923	6446	339.2	38.49	42.06	16.23	30.94

参考文献:

[1] 林建明. 茶水中多元素化学形态的同时分析[J]. 分析实验室, 1994, 13(3): 6

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1004-8456(2000)01-0012-03

卫生部关于制止保健食品夸大宣传保健功能的紧急通知

各省、自治区、直辖市卫生厅(局):

近期,一些保健食品生产经营企业在产品标签、说明书、包装、宣传材料和新闻媒体上擅自夸大其保健功能,有的宣传有治疗作用,以所谓“典型病例”明示或暗示有治癌、抗癌作用,神奇增高、超级减肥等功能,故意混淆食品与药品的区别;有的甚至以卫生部的名义进行广告宣传,误导和欺骗消费者。为保护消费者的健康,根据《食品卫生法》和《保健食品管理办法》,特紧急通知如下:

一、凡获得卫生部《保健食品批准证书》、《进口保健食品批准证书》的产品,其标签、说明书和广告内容必须符合批准的保健功能和产品说明书,不得擅自夸大宣传;保健食品的包装盒及宣传材料中不得印刷“卫生部批准”、“卫生部认定”,不得以卫生部的名义进行保健功能宣传。

二、各级地方卫生行政部门在接到本通知一周内要将上述要求通知到辖区内的保健食品生产经营企业,并登记备案。同时,组织一次对保健食品标签、说明书和广告宣传活动的专项检查,并将检查结果逐级上报至卫生部。对违反《食品卫生法》和《保健食品管理办法》的保健食品生产经营企业,要依法严肃查处。

三、保健食品生产经营企业要严格按照《食品卫生法》、《保健食品管理办法》的规定和本通知的要求,对本企业生产经营的保健食品进行认真清理,对存在的虚假、夸大宣传等问题,必须在今年年底前予以纠正。从2000年1月1日起,对仍在进行违法宣传的保健食品,卫生部将注销其批准文号。

卫生部

一九九九年十月二十二日