

稀释酸微波消解辅助分析红茶茶叶中微量元素

孙杰¹, 陈志海^{*1,2}, 汪伦¹, 朱耿正¹, 聂继华², 唐金顺¹, 张舒羽², 陈发荣³

(1. 江苏力维检测科技有限公司,江苏 无锡 214000;2. 苏州大学 医学部公共卫生学院,江苏 苏州 215000;3. 国家海洋局第一海洋研究所,山东 青岛 266061)

摘要:建立了稀释酸微波消解处理茶叶样品的新方法,并结合国外方法 EPA6020 对仪器和测定过程进行校准。采用微波消解-ICP-MS 测定了 8 种红茶茶叶中 16 种微量元素(V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、As、Se、Sr、Ag、Cd、Cs、Ba、Pb)的质量分数,运用主成分分析法和箱线图研究 16 种微量元素的分布特征。结果表明,当微波消解酸为 6 mL 浓度 2.1 ± 0.2 mol/L 的硝酸和 2 mL 30% 的双氧水溶液时,16 种元素的回收率变化范围为 90%~110%,线性相关系数 $R^2 > 0.9995$,RSD<5%,而且检出限低,说明该稀释酸体系可以替代浓酸体系。Fe、Zn、Mn 等大量人体必需微量元素质量分数均符合国家标准,但是有害重金属元素 As 质量分数均高于限量值,除了 S1 样品中 Ba、Sr, S6 样品中 Se 和 S8 样品中 Ag 质量分数表现异常外,16 种微量元素质量分数在样品中整体分布较为集中。此外,已报道 Cd 元素的质量分数值是测定平均值的 43.53 倍,As 元素质量分数平均值是已报道值的 12.53 倍,结果说明在红茶茶叶的生产过程中 As 元素污染严重,有轻度的 Cr 污染,而 Cd 元素在红茶茶叶的种植、采摘、加工和运输过程中得到了很好的控制。研究也表明 V、Sr、Cr、Ba、Fe、As 和 Zn 为红茶茶叶的主成分元素,同时对 8 种红茶茶叶做出了综合评价得出 S1 为最佳选择。

关键词:新方法;ICP-MS;红茶茶叶;微量元素;分布特征;主成分分析

中图分类号:O 657.31 文献标志码:A 文章编号:1673—1689(2018)11—1166—07

Microwave-Assisted Diluted Acid Digestion for Trace Elements Analysis of Black Tea Leaves

SUN Jie¹, CHEN Zhihai^{*1,2}, WANG Lun¹, ZHU Gengzheng¹, NIE Jihua²,

TANG Jinshun¹, ZHANG Shuyu², CHEN Farong³

(1. Jiangsu Levei Testing Company Limited, Wuxi 214000, China; 2. School of Public Health Medical, College of Soochow University, Suzhou 215000, China; 3. First Research Institute of State Oceanic Administration, Qingdao 266061, China)

Abstract: A new method for microwave-assisting diluted acid digestion of tea leaves ,The paper calibrated the instrument and measurement process with EPA6020,It determined the content of the trace elements in black tea leaves by microwave digestion and ICP-MS,It analyzed the 16 kinds of trace and Mn et al,were lower than the limited value,elements (V,Cr,Mn,Fe,Co,Ni,Cu,Zn,As,

收稿日期: 2016-02-25

基金项目:国家自然科学基金项目(81402626;81172707;81302382);中央级公益性科研院所基本科研业务费专项资金项目(2014G13)。

* 通信作者:陈志海(1973—),男,江苏南京人,工学博士,高级工程师,主要从事职业卫生评价方面的研究。E-mail:18912616478@163.com

引用本文:孙杰,陈志海,汪伦,等.稀释酸微波消解辅助分析红茶茶叶中微量元素[J].食品与生物技术学报,2018,37(11):1166-1172.

Se, Sr, Ag, Cd, Cs, Ba and Pb) in 8 kinds of blacks tea leaves, besides, It analyzed the trace elements with the method of principal component analysis. Consequently, the concentration of diluted acid was 2.1 ± 0.2 mol/L could replace concentrated acid, the recovery was 90%~110%, RSD was lower than 5%, and the limited detection was lower. The result turned out that the essential elements, including Sr, Fe, Zn but the content of As was more than the limited value. In generally, The centralized distribution of determining values except the samples of Ba, Sr in S1, Se in S6 and Ag in S8. besides, the reported value of Cd was 43.53 times more than the determined value, the determined value of As was 12.53 times more than the addition, It also showed that Pb, Cd, As and Cr were toxic and harmful elements, the content of Pb and Cr were reported value, the result showed that the pollution of As was more serious, Cr was a little pollution, but the Cd was well controlled in the planting, harvesting, processing and transportation. The research also showed that V, Sr, Cr, Ba, Fe, As and Zn were principal component elements. Besides, it made a comprehensive evaluation for 8 kinds of black tea leaves, the result proved that S1 was the best choice.

Keywords: new method, ICP-MS, black tea leaves, trace elements, distribution characteristics, principal component analysis

红茶茶叶的加工工艺,属于全发酵茶,发源于中国武夷山市桐木关,红茶具有养胃护胃和解毒等作用^[1]。许多学者从各自的专业出发,对红茶中的氨基酸、茶多酚^[2]和重金属元素^[3]等方面进行了大量研究,其中重金属元素的污染^[4]作为当今重要的环境问题之一,红茶茶叶中微量元素的质量分数情况以及红茶与绿茶中微量元素质量分数及其浸出率的对比等方面^[5]的研究方式也备受关注,但红茶茶叶中微量元素的研究方式一直局限于与绿茶茶叶的对比或者质量分数大小的报道,关于采用主成分分析法对红茶茶叶中微量元素进行研究的报道较少。并且对茶叶前处理的酸均为浓硝酸和盐酸等浓酸^[6~8],长期使用可能对人体伤害太大。本文结合国外方法 EPA6020 对 ICP-MS 的状态及其测定过程进行校准,并且参考稀释硝酸微波消解煤块和食品类物质的报道^[9~10]。采用微波消解-电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定了8种红茶茶叶中16种微量元素的质量分数,建立了稀释酸溶液微波消解红茶茶叶样品的新前处理方法,并利用 SPSS20.0 的主成分分析法和箱线图对红茶茶叶中16种微量元素进行研究,计算了8种红茶茶叶的综合得分,对红茶茶叶的质量进行了综合评价,为红茶茶叶性质的进一步分析提供了理论基础。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

主要使用美国安捷伦公司生产的 7500a ICP-MS,美国培安公司生产的 MARS 微波消解仪,美国 LABCONCO 公司生产的真空冷冻干燥机,美国默克默理博公司生产的 Milli-Q 超纯水纯化系统。

优化 ICP-MS 条件具体如下: 将分析模式设置为定量分析; 设置射频功率范围为 1 350~1 360 W; 采样锥为铂锥; 设置采样深度变化范围为 6.6~7.0 mm; 设置等离子体气流速范围为 14.0~15.0 L/min; 设置载气流速变化范围为 1.10~1.14 L/min; 设置辅助气流速为 1.0 L/min; 设置雾化室温度为 2.0 °C; 积分时间为 0.3 s; 采集次数为 3 次; 分析测试前用 10 μg/L 的 7Li、89Y、205Tl、140Ce 的调谐液按照安捷伦公司提供的使用说明对 ICP-MS 灵敏度进行调谐,使仪器达到分析测定要求,同时用调谐溶液做 P/A 调谐,使质量数为 7、89、205 和 140 的元素检测浓度达到分析要求。

使用的双氧水和硝酸均为优级纯,Ar 气的纯度为 99.999%,考察准确度的国家茶叶标准物质为 GBW07605,实验所用红茶茶叶样品(标记为 S1~S8)均为从无锡某商场采购所得。

1.2 红茶茶叶中微量元素总量的测定

为减少由于茶叶中水分和茶叶表面的杂质而

引起的测定误差,本次实验所使用的茶叶样品首先经过二次蒸馏水清洗一次,然后在-80 ℃超低温冰箱中冷冻30 min,再经冷冻干燥机中冻干24 h,然后粉碎,过80目筛,保存在4 ℃冰箱中备用。同时本次所用器皿均按照标准方法要求进行清洗和保存。

(新方法N): 分别称取0.3 g茶叶样品放入消解罐中,加入6 mL浓度为 2.1 ± 0.2 mol/L的HNO₃溶液之后,继续加入2 mL 30%的H₂O₂溶液,放入微波消解仪中,设置温度为100 ℃,功率为1 000 W,时间为1 h。然后放气,冷却至室温,放气,然后放入微波消解仪中按照以下4道程序进行微波消解;4道程序功率均为运行功率1 000 W,第一次升温至90 ℃,升温时间10 min,维持该温度6 min,。然后设置第2道程序升温至125 ℃,升温时间14 min,维持该温度7 min。第3道升温程序设置为升温至175 ℃,升温时间15 min,维持该温度8 min。第4道升温程序设置为升温至200 ℃,升温时间16 min,维持该温度9 min。

(现行方法X): 结合微波消解处理茶叶样品的报道^[11-13],分别称取0.3 g样品放入微波消解罐中,然后添加6 mL浓硝酸和2 mL 30%的双氧水溶液,放置一夜之后,放气,按照以下3道程序进行自动消解:升温至100 ℃,功率为800 W,升温时间为10 min,保持5 min,然后升温至140 ℃,升温时间为10 min,保持5 min,最后升温至180 ℃,升温时间为10 min,保持5 min,冷却至室温。

同时在测定过程中每批测定样品中均用二次蒸馏水定质量至30 g左右,过0.22 μm的膜,同时测定3份国家茶叶标准物质(GBW07605)平行样品和空白样品,并且在测定的过程中每测定20个样品时,测定一次10 μg/kg的标准溶液作为质量控制标准,然后使用空白溶液清洗仪器进样管道1~2 min。

2 结果与讨论

2.1 新前处理方法分析

使用电感耦合等离子体质谱法测定复杂有机质中无机元素的质量分数时,最常用的酸是浓硝酸,但是最理想的状况是使用最小量的酸使含有机质样品消解完全^[11],原因是酸用量越少,酸残留越少,测定准确度越高。同时微波消解升温程序采用阶段式升温,实验结果证明当微波只运行到前3步

骤时,结果发现溶液偏黄,而且转移到聚乙烯瓶中会发现可见异物,然而运行到第4步骤的时候,溶液透明、澄清而且无可见异物。所以以上均充分说明新方法设置的必要性。此外,采用逐级升温方式的主要原因是在低温时溶液中液液全部接触充分反应,并且当高温阶段的时候NO+O₂可以形成NO₂,NO₂进入水中可以形成硝酸继续使用。

为了验证 2.1 ± 0.2 mol/L的HNO₃溶液适用性,在进行测定样品之前,分别采用6 mL不同浓度的HNO₃溶液(2.1 ± 0.2 mol/L、 4.2 ± 0.2 mol/L、 7.3 ± 0.2 mol/L、 14.2 ± 0.2 mol/L和浓硝酸)和2 mL H₂O₂溶液,运用微波消解的方式处理国家茶叶标准物质(GBW07605),经处理的标准偏差的绝对值情况(测定值与标准值之间差值),主要通过V、Cr、Co、As的差值均扩大100倍,Mn、Fe的差值扩大为0.1倍,Ni、Sr和Pb的差值扩大为10倍,Cu、Zn和Ba的差值不变,Se、Cs的差值扩增为1 000倍,Ag、Cd的差值扩增为10 000倍,结果如图1所示,然后运用SPSS20.0显著性差异分析方法分析 2.1 ± 0.2 mol/L和 14.2 ± 0.2 mol/L的硝酸溶液、 2.1 ± 0.2 mol/L和浓硝酸结果标准偏差均不存在显著性差异($P>0.05$),说明 2.1 ± 0.2 mol/L的硝酸溶液可以用来替代常用浓硝酸溶液。

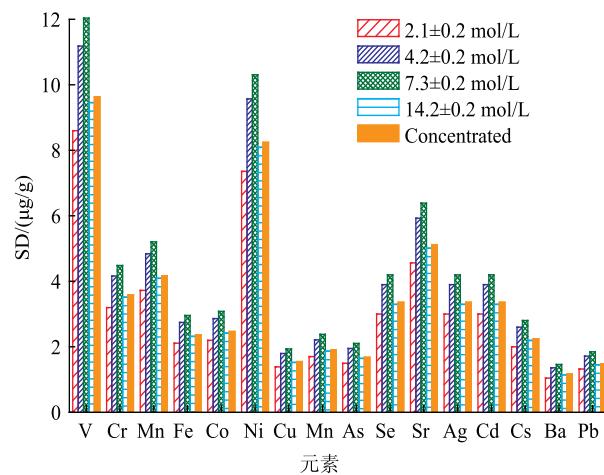


图1 不同硝酸浓度条件下测定值与标准值之间的偏差值比较图

Fig. 1 Picture of comparison with standard deviation between determined values and standard values under different concentration conditions

2.2 新方法准确度和精密度的验证

由于样品基体的复杂性和多样性,为确保本次

方法的准确性和精确度,在选定的条件下分析了国家茶叶标准物质(GBW07605)中的微量元素质量分数,从表1可以看出元素的回收率的变化范围为90%~116%,RSD<5%,线性较好,并且与现行方法

测定值进行比较,运用SPSS20.0单因素方差分析,得出P>0.05,说明不存在显著性差异,因此本实验的数据准确可靠。

表1 茶叶标准物质(GBW07605)的分析

Table 1 Analytical results of trace elements in National Reference Standard Materials(GBW07605)

| 元素 | 标准值/(μg/g) | (N)测定值/(μg/g) | (X)测定值/(μg/g) | (N)回收率/% | (N)相对标准偏差/% |
|----|------------|------------------|------------------|----------|-------------|
| V | 0.86 | 0.774±0.015 5 | 0.81±0.012 | 90 | 2 |
| Cr | 0.8±0.03 | 0.768±0.033 | 0.806 4±0.035 | 96 | 4.35 |
| Mn | 1 240±70 | 1 277.2±13.793 | 1 341.06±14.5 | 103 | 1.08 |
| Fe | 264±15 | 285.12±11.66 | 299.4±12.24 | 108 | 4.09 |
| Co | 0.18±0.02 | 0.202±0.004 78 | 0.212±0.005 1 | 109 | 2.37 |
| Ni | 4.6±0.5 | 5.34±0.165 | 5.61±0.173 | 110 | 0.31 |
| Cu | 17.3±1.8 | 18.68±0.256 | 19.61±0.27 | 108 | 1.37 |
| Zn | 26.3±2 | 28.01±0.725 | 29.42±0.761 | 106.50 | 2.59 |
| As | 0.28±0.04 | 0.265±0.0123 | 0.28±0.013 | 94.60 | 4.64 |
| Se | 0.072 | 0.069±0.003 13 | 0.073±0.003 3 | 95.80 | 4.54 |
| Sr | 15.2±0.7 | 14.74±0.301 | 15.5±0.33 | 97 | 2.04 |
| Ag | 0.018 | 0.017 7±0.000 5 | 0.018 6±0.000 53 | 98.20 | 2.97 |
| Cd | 0.057 | 0.056 7±0.001 16 | 0.060±0.001 3 | 99.40 | 2.04 |
| Cs | 0.29±0.02 | 0.292±0.005 2 | 0.31±0.006 | 100.60 | 1.77 |
| Ba | 58±6 | 59.04±0.974 | 62.3±1.02 | 101.80 | 1.65 |
| Pb | 4.4±0.3 | 4.532±0.068 9 | 4.8±0.072 | 103 | 1.52 |

2.3 红茶茶叶中微量元素分析

列举了8种红茶茶叶中16种微量元素的质量分数(见表2),其中Cs元素质量分数范围为0.152~0.587 μg/g,V元素质量分数范围为0.104~0.419 μg/g,Ba元素质量分数范围为1.244~23.476 μg/g,Ba元素最高质量分数值为最低质量分数值的18.87倍。同时测定了大量人体必需微量元素如Sr、Fe、Zn、Mn等,质量分数范围分别为Sr:1.14~11.548 μg/g,Fe:579~1 456 μg/g,Zn:11.613~40.277 μg/g,Mn:

1 620~4 670 μg/g。也测定了As、Cd、Cr、Pb等有毒有害元素的质量分数,结合《中华人民共和国食品中污染物限量标准》(GB2762-2012)中相应元素的限量值,结果发现,本次测定的8种红茶茶叶样品中Pb、Cd元素的质量分数均低于国家标准限量值,有6种红茶茶叶中的Cr元素质量分数低于限量值,说明红茶茶叶有轻度的Cr污染,8种红茶茶叶中的As元素质量分数均高于限量值,可见As元素污染问题严重。

表2 不同红茶茶叶中微量元素质量分数

Table 2 Contents of trace elements in different black tea lea leaves

| 元素 | S1 | S2 | S3 | S4 | S5 | S6 | S7 | S8 | μg/g |
|----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|--------|------|
| V | 0.419 | 0.151 | 0.119 | 0.115 | 0.366 | 0.132 | 0.108 | 0.104 | |
| Cr | 1.574 | 0.538 | 0.626 | 0.753 | 1.495 | 0.512 | 0.564 | 0.595 | |
| Mn | 4 670 | 2619 | 3412 | 4 267 | 2 888 | 1620 | 3 071 | 2 110 | |
| Fe | 1 436 | 571 | 651.2 | 800 | 1 456 | 579 | 586 | 660 | |
| Co | 0.23 | 0.314 | 0.32 | 0.343 | 0.155 | 0.212 | 0.288 | 0.216 | |
| Ni | 3.241 | 2.01 | 2.293 | 0.62 | 1.764 | 1.094 | 2.063 3 | 1.248 | |
| Cu | 10.407 | 10.188 | 13.675 | 15.642 | 11.815 | 11.566 | 12.308 | 15.525 | |
| Zn | 11.613 | 38.341 | 20.326 | 16.591 | 12.184 | 40.227 | 18.293 | 21.326 | |

续表 2

| 元素 | S1 | S2 | S3 | S4 | S5 | S6 | S7 | S8 |
|----|-------------|-----------|----------|-----------|-----------|----------|----------|----------|
| As | 0.064 1 | 0.059 7 | 0.022 3 | 4.438 | 3.259 | 3.030 8 | 0.020 1 | 1.134 |
| Se | 0.101 | 0.238 | 0.073 4 | 0.080 5 | 0.183 | 0.430 1 | 0.066 1 | 0.133 |
| Sr | 11.548 | 4.299 | 3.016 | 2.887 | 4.367 | 1.626 | 2.714 | 1.14 |
| Ag | 0.001 76 | 0.001 45 | 0.017 2 | 0.006 52 | 0.010 6 | 0.008 72 | 0.015 5 | 0.104 |
| Cd | 0.000 072 4 | 0.000 145 | 0.003 19 | 0.000 109 | 0.000 065 | 0.000 13 | 0.002 87 | 0.002 87 |
| Cs | 0.399 | 0.158 | 0.169 | 0.273 | 0.587 | 0.232 | 0.152 | 0.249 |
| Ba | 23.476 | 3.336 | 4.482 | 3.136 | 6.518 | 0.926 | 4.034 | 1.244 |
| Pb | 0.351 | 0.289 | 0.243 | 0.146 | 0.227 | 0.187 | 0.219 | 0.157 |

运用 SPSS20.0 绘制出 8 种红茶茶叶样品中 16 种微量元素质量分数分布情况, 经过 V、Co、As、Se、Cs 和 Pb 元素质量分数扩增 10 倍, Fe 和 Mn 质量分数扩增 0.01 倍, Cr、Ni、Sr、Ba 不变, Cu 和 Zn 质量分数扩展 0.1 倍, Ag 和 Cd 分别扩展为 100 倍和 1 000 倍, 结果如图 2 所示。V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Cd、Pb 分布均匀, 而且较为集中; 而 Cs 和 As 元素的最大值与其最小值、25% 和中间值相差较大; Se、Sr、Ag、Ba 元素质量分数分布出现异常。

根据表 3 可知, Zn、Se、Cu、Pb 和 Cd 元素质量分数的平均值均小于已报道值, 其中已报道 Cd 元素的质量分数值是测定平均值的 43.53 倍, 可见在红茶茶叶的种植、采摘、加工和运输过程中 Cd 元素的污染得到了很好的控制。Cr、Fe、As、Ni、Mn 元素质量分数的平均值均大于相应已报道值, 其中 Fe、

As 和 Mn 元素质量分数平均值分别是已报道值的 7.56、12.53 和 4.7 倍, 进一步说明在红茶茶叶的生产过程中 As 元素污染严重。

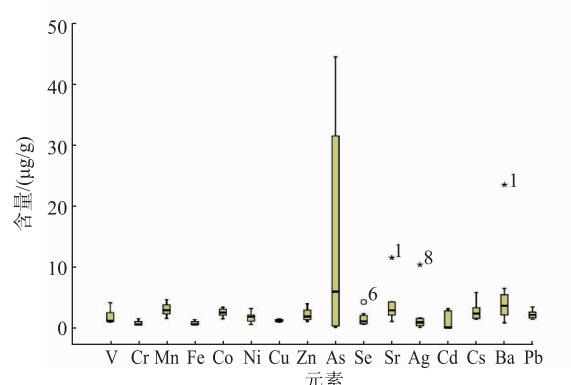


图 2 茶叶中 16 种微量元素质量分数分布图

Fig. 2 Distribution of 16 kinds of elements in tea leaves

表 3 测定平均值与已报道值的比较

Table 3 Comparison of the mean determined values with the reported values

μg/g

| 元素 | Cr | Fe | Zn | As | Se | Ni | Cu | Mn | Pb | Cd |
|---------------------|-------|---------|--------|-------|-------|-------|--------|-----------|-------|----------|
| 测定平均值 | 0.832 | 842.483 | 22.363 | 1.504 | 0.163 | 1.792 | 12.641 | 3 082.159 | 0.227 | 0.001 18 |
| 已报道值 ^[3] | 0.098 | 111.427 | 24.736 | 0.12 | 0.248 | 1.527 | 16.204 | 655.64 | 0.86 | 0.049 |

2.4 红茶茶叶中微量元素的主成分分析

由表 4 分析各因子的特征值和方差贡献率可知, 红茶茶叶中 3 个主成分的累计方差贡献率达到 85.381%, 可以用于描述红茶茶叶中微量元素的质量分数情况, 通过表 5 载荷矩阵分析可知, 第一主成分与 V、Sr、Cr、Ba、Fe 存在高度正相关关系, 其中 V 元素具有促进人体内脂质代谢和抑制胆固醇合成的作用, Sr 元素是骨骼和牙齿重要组成部分, 可用含有 Sr 元素的药物治疗由于副甲状腺功能不全而引起的抽搐症状, 缺 Sr 会导致龋齿等症状, Fe 元素对人体中生理和代谢过程存在重要作用。第二主成分与 As 存在高度正相关关系, 第三主成分与 Zn 存在高度负相关关系, Zn 元素对人体生长发育、细胞功

能和调节机体免疫有重要作用, 通过以上分析表明 V、Sr、Cr、Ba、Fe、As 和 Zn 为红茶茶叶的主成分元素。

表 4 主成分特征值和方差贡献率

Table 4 Eigenvalues and variance of main factors in the contributuion rate

| 主成分 | 特征值 | 各因子贡献率/% | 累计贡献率/% |
|-----|-------|----------|---------|
| 1 | 7.555 | 47.217 | 47.217 |
| 2 | 3.227 | 20.166 | 67.383 |
| 3 | 2.88 | 17.999 | 85.381 |
| 4 | 1.725 | 10.781 | 96.163 |
| 5 | 0.412 | 2.573 | 98.735 |
| 6 | 0.144 | 0.903 | 99.638 |
| 7 | 0.058 | 0.362 | 100 |

表 5 载荷矩阵

Table 5 Load matrix

| 名称 | Q_1 | Q_2 | Q_3 |
|-------|--------|--------|--------|
| Z(V) | 0.959 | 0.253 | -0.029 |
| Z(Sr) | 0.937 | -0.215 | -0.107 |
| Z(Cr) | 0.933 | 0.282 | 0.207 |
| Z(Ba) | 0.928 | -0.22 | 0.013 |
| Z(Fe) | 0.903 | 0.346 | 0.235 |
| Z(Pb) | 0.772 | -0.432 | -0.442 |
| Z(Ni) | 0.736 | -0.568 | -0.212 |
| Z(Cs) | 0.683 | 0.652 | 0.252 |
| Z(Mn) | 0.637 | -0.361 | 0.429 |
| Z(As) | -0.165 | 0.839 | 0.254 |
| Z(Co) | -0.349 | -0.656 | 0.06 |
| Z(Cd) | -0.441 | -0.58 | 0.396 |
| Z(Zn) | -0.563 | 0.068 | -0.801 |
| Z(Cu) | -0.549 | 0.066 | 0.799 |
| Z(Se) | -0.236 | 0.569 | -0.757 |
| Z(Ag) | -0.427 | 0.034 | 0.451 |

表 6 8 种红茶茶叶的综合排名

Table 6 Comprehensive evaluation in 8 kinds of black tea leaves

| 样品 | F_1 | F_2 | F_3 | F | 综合排名 |
|----|---------------|----------------|---------------|---------------|------|
| S1 | 4 296.427 526 | -1 196.507 515 | 2 338.496 358 | 1 993.441 063 | 1 |
| S2 | 2 166.335 237 | -747.370 0257 | 1 234.323 976 | 986.013 080 1 | 6 |
| S3 | 2 752.001 96 | -1 006.987 42 | 1 610.680 951 | 1 248.650 049 | 4 |
| S4 | 3 429.334 932 | -1 259.254 777 | 2 018.830 013 | 1 557.190 224 | 2 |
| S5 | 3 154.308 148 | -537.944 238 | 1 581.123 224 | 1 507.758 805 | 3 |
| S6 | 1 529.132 8 | -379.166 045 8 | 808.139 745 7 | 714.548 442 | 8 |
| S7 | 2 476.802 795 | -906.288 151 8 | 1 449.613 632 | 1 123.785 725 | 5 |
| S8 | 1 923.598 048 | -530.782 896 6 | 1 055.682 093 | 895.059 929 | 7 |

报道 Cd 元素的质量分数值是测定平均值的 43.53 倍, As 元素质量分数平均值是已报道值的 12.53 倍, 结果说明在红茶茶叶的生产过程中 As 元素污染严重, 有轻度的 Cr 污染而 Cd 元素污染在红茶茶叶的种植、采摘、加工和运输过程中得到了很好的控制。

(3) 通过箱线图分析 16 种微量元素的分布情

根据 $F=0.422\ 17F_1+0.201\ 66F_2+0.179\ 99F_3$ 结合主成分载荷矩阵计算 8 种红茶茶叶综合得分, 通过表 6 的分析可知 8 种红茶茶叶的质量综合排名为: S1>S4>S5>S3>S7>S2>S8>S6, 为红茶茶叶的评价提供了理论基础。

3 结语

本文建立了稀释硝酸溶液与双氧水溶液微波消解前处理茶叶样品的新方法, 并结合国外方法 EPA6020 对仪器和测定过程进行校准, 通过采用微波消解 ICP-MS 的方法给出了 8 种红茶茶叶中 16 种微量元素的质量分数准确数据, 得出了如下结论:

(1) 确定硝酸溶液的浓度为 $2.1\pm0.2\ \text{mol/L}$ 时可以替代浓硝酸溶液使用, 结果准确度和重现性较好, 并且节约、对身体无伤害。

(2) 8 种红茶茶叶中 Pb、Cd 元素的质量分数均低于限量值, 有 6 种红茶茶叶中的 Cr 元素质量分数低于限量值, As 元素质量分数均高于限量值, 已

况, 结果发现除 S1 样品中 Ba 元素以外, 整体分布较为集中。

(4) 通过主成分分析法对 8 种红茶茶叶中 16 种微量元素分析, 表明 V、Sr、Cr、Ba、Fe、As 和 Zn 为红茶茶叶的主成分元素, 对 8 种红茶茶叶的质量做出了评价, 为红茶茶叶性质的研究方式提供了理论基础。

参考文献:

- [1] SUN Shili, ZENG Qiong, LIU Jun, et al. Research on anti-oxidant and anti-gastric cancer activity of *Danxia* black tea in vitro[J]. *Guangdong Agricultural Sciences*, 2013(1): 1-3. (in Chinese)
- [2] CAO Yanping, LIU Zuocai, XU Xiaoli, et al. Extraction of amino acid, polyphenol and caffeine from black tea by low intensity and multi-frequency ultrasound[J]. *Fine Chemicals*, 2006, 23(11): 1075-1081. (in Chinese)

- [3] HOU Dongyan, HUI Ruihua, LI Tie, et al. Simulation determination of 18 trace elements in lapsang souchong black tea by inductively coupled plasma mass spectrum (ICP-MS) [J]. **Chinese Journal Analytical Chemistry**, 2012, 2 (2):52-56. (in Chinese)
- [4] HUANG Jianqin, DING Yong, WANG Hongshu, et al. Research on microbial and heavy metal pollution in black tea process[J]. **Jurnal of Tea Business**, 2007, 29(4):165-169. (in Chinese)
- [5] WANG Xiaoping, JIANG Weiwei. A comparative study on water-dissolving capabilities of trace elements between red tea and green tea[J]. **Suzhou University Journal of Medical Science**, 2002, 22(5):523-525. (in Chinese)
- [6] JIN P F, LIAANG X L, XIA L F, et al. Determination of 20 trace elements and arsenic species for a realgar-containing traditional Chinese medicine Niuhuang Jiedu tablets by direct inductively coupled plasma-mass spectrometry and high performance liquid chromatography-inductively coupled plasma-mass spectrometry[J]. **Journal of Trace Elements in Medicine and Biology**, 2016 (33):73-80.
- [7] JEANNE H F, SANJEEVI P G N, LEE J J. Global perspectives on trace element requirement [J]. **Journal of Trace Elements in Medicine and Biology**, 2015(31):135-141.
- [8] DARWISH M A G, POLLMANN H. Trace elements assessment in agricultural and desert soils of Aswan area, south Egypt: Geochemical characteristics and environmental impacts[J]. **Journal of African Earth Sciences**, 2015, 112:358-373.
- [9] MKETO N, PHILLISWA N, NOMNGONGO J, et al. An innovative microwave-assisted digestion method with diluted hydrogen peroxide for rapid extraction of trace elements in coal samples followed by inductively coupled plasma-mass spectrometry[J]. **Microchemical Journal**, 2016(124):201-208.
- [10] BARBOSA J T P, SANTOS C M M, PERALVA V N, et al. Microwave-assisted diluted acid digestion for trace elements analysis of edible soybean products[J]. **Food Chemistry**, 2015(175):212-217.
- [11] ZHOU Na, BAI Yanyan, WANG Wenwei, et al. The contents of heavy metals in different varieties of teas in Fujian province[J]. **China J Health Lab Tec**, 2014, 24(13):1948-1950. (in Chinese)
- [12] LOU Yongjiang, DING Zhongzhong, ZHAO Yilin, et al. Determination of porphyra haitanensis by microwave digestion-ICP-AES method and investigation their contaminations[J]. **Journal of FOOD SCIENCE and Biotechnology**, 2014, 33(9):981-985. (in Chinese)
- [13] SUN Jie, CHEN Farong, HAN Lihui, et al. Principal component analysis and clustering analysis of trace elements in different asterroidea[J]. **Journal of FOOD SCIENCE and Biotechnology**, 2015, 34(10):1051-1056. (in Chinese)

会议消息

第五届蛋白质与蛋白质组学国际研讨会(CPP 2019)

会议时间:2019-05-29 至 2019-05-31

会议地点:中国昆明

主办单位:Engineering Information Institute

联系人:王老师

电话:+8615527752170

Email:Jenny09157@163.com

官方网址:<http://www.maymeeting.org/conference/CPP2019/>

会议简介:第五届蛋白质与蛋白质组学国际研讨会 (CPP 2019) 将于 2019 年 5 月 29-31 日在中国昆明举行。本届大会将继续遵循学术性、国际性的原则,特邀国内外蛋白质与蛋白质组学相关领域内的学者专家前来参会,并做出精彩的报告。