



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109374880 A

(43)申请公布日 2019.02.22

---

(21)申请号 201811162484.4

(22)申请日 2018.09.30

(71)申请人 广西驰胜农业科技有限公司

地址 542800 广西壮族自治区贺州市八步  
区信都镇工业大道1号

(72)发明人 谢宗宜

(74)专利代理机构 北京天奇智新知识产权代理  
有限公司 11340

代理人 牙斐颖

(51)Int.Cl.

G01N 33/53(2006.01)

G01N 1/28(2006.01)

G01N 1/34(2006.01)

---

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种茶叶重金属含量的准确检测方法

(57)摘要

本发明公开了一种茶叶重金属含量的准确检测方法，涉及食品重金属检测技术领域。所述方法为：先将待测茶叶粉碎后加入水中超声处理，接着加入双氧水和硫酸亚铁处理，最后加入重金属絮凝剂析出沉淀，并向沉淀中加入木聚糖酶，水浴酶解至沉淀完全水解，得待测液，用酶联免疫检测法检测待测液的铅、铬、镉、铜含量。本发明通过优化前处理方法，得到不含酸的待测液，安全环保，可用于酶联免疫检测法，且检测结果准确。

1. 一种茶叶重金属含量的准确检测方法,其特征在于:包括以下步骤:

(1) 样品前处理:将待测茶叶粉碎,加入8-10倍量的水中,超声处理30-50min,得处理液,将处理液pH调整为3-4,加入所述处理液重量2-3%的质量分数为30%的双氧水、4-6%的1mol/L的硫酸亚铁,搅拌40-60min,将pH调整为7-8,接着加入所述处理液重量15-30%的重金属絮凝剂混合搅拌均匀,静置至絮状沉淀析出,离心,收集沉淀,用水洗涤至沉淀表面无粉末;

(2) 重金属待测液提取:向上述沉淀中加入所述沉淀重量1-2%的酶,于45-65℃下水浴酶解至沉淀完全溶解,高温灭酶活,即得待测液;

(3) 重金属含量检测:用酶联免疫检测法检测上述待测液的铅、铬、镉、铜含量。

2. 根据权利要求1所述的一种茶叶重金属含量的准确检测方法,其特征在于:步骤(1)中,所述重金属絮凝剂的制备方法为:将酸豆种子去种皮、磨碎,加入质量浓度为50-65%的柠檬酸溶液中煮沸,持续煮沸30-50min,冷却,静置至沉淀析出,过滤,将滤液浓缩至原体积的1/3后,加入质量浓度为70-80%的乙醇溶液,于0-5℃下静置6-8h,过滤,取沉淀用丙酮洗涤2-4次,冷冻干燥,即得所述重金属絮凝剂。

3. 根据权利要求1所述的一种茶叶重金属含量的准确检测方法,其特征在于:步骤(1)中,所述待测茶叶粉碎目数为60-80目。

4. 根据权利要求1所述的一种茶叶重金属含量的准确检测方法,其特征在于:步骤(1)中,所述超声功率为300-600W。

5. 根据权利要求1所述的一种茶叶重金属含量的准确检测方法,其特征在于:步骤(2)中,所述酶为木聚糖酶。

6. 根据权利要求1所述的一种茶叶重金属含量的准确检测方法,其特征在于:步骤(2)中,所述灭酶活温度为100-120℃。

## 一种茶叶重金属含量的准确检测方法

### 【技术领域】

[0001] 本发明涉及食品重金属检测技术领域,具体涉及一种茶叶重金属含量的准确检测方法。

### 【背景技术】

[0002] 茶叶是世界上三大饮料之一,近年来,工业化和城市化的快速发展使许多地方的茶叶生产暴露于污染环境中,茶叶中铅、铬、镉、铜等重金属含量有上升的趋势,长期饮用污染物超标的茶叶会对人体健康产生危害,需进行重金属含量检测。

[0003] 茶叶重金属检测主要包括前处理和检测这两个步骤。现阶段常用的检测方法为:原子吸收分光光度法、电感耦合等离子体质谱分析、原子荧光光谱分析、酶联免疫检测法等,而前处理常用的为湿法消化法、干法灰化法和微波消解法等。其中,前处理均是将样品转变为液态溶液进行测定,而上述前处理方法获得的待测液具有强酸性,不但对环境不友好,人工操作也存在安全隐患,此外,强酸待测液也不能用于所有的检测方法,如酶联免疫检测法不能在强酸的环境下进行,所以传统的前处理方法得到的待测液无法直接应用于酶联免疫检测法;此外,重金属在茶叶中的存在形式有游离态和络合态,以络合态形式存在的重金属不易被检测出来,导致检测结果不准确,因此,申请人基于当前检测存在的缺陷,对前处理进行改进,以克服上述缺陷。

### 【发明内容】

[0004] 针对上述问题,本发明提供了一种茶叶重金属含量的准确检测方法,通过优化前处理方法,得到不含酸的待测液,安全环保,可用于酶联免疫检测法,同时,前处理还将络合态重金属转化为游离态,提高了检测的准确性。

[0005] 为解决上述技术问题,本发明采用的技术方案如下:

[0006] 一种茶叶重金属含量的准确检测方法,包括以下步骤:

[0007] (1) 样品前处理:将待测茶叶粉碎,加入8-10倍量的水中,超声处理30-50min,得处理液,将处理液pH调整为3-4,加入所述处理液重量2-3%的质量分数为30%的双氧水、4-6%的1mol/L的硫酸亚铁,搅拌40-60min,将pH调整为7-8,接着加入所述处理液重量15-30%的重金属絮凝剂混合搅拌均匀,静置至絮状沉淀析出,离心,收集沉淀,用水洗涤至沉淀表面无粉末;

[0008] (2) 重金属待测液提取:向上述沉淀中加入所述沉淀重量1-2%的酶,于45-65℃下水浴酶解至沉淀完全溶解,高温灭酶活,即得待测液;

[0009] (3) 重金属含量检测:用酶联免疫检测法检测上述待测液的铅、铬、镉、铜含量。

[0010] 进一步地,步骤(1)中,所述重金属絮凝剂的制备方法为:将酸豆种子去种皮、磨碎,加入质量浓度为50-65%的柠檬酸溶液中煮沸,持续煮沸30-50min,冷却,静置至沉淀析出,过滤,将滤液浓缩至原体积的1/3后,加入质量浓度为70-80%的乙醇溶液,于0-5℃下静置6-8h,过滤,取沉淀用丙酮洗涤2-4次,冷冻干燥,即得所述重金属絮凝剂。

- [0011] 进一步地,步骤(1)中,所述待测茶叶粉碎目数为60-80目。
- [0012] 进一步地,步骤(1)中,所述超声功率为300-600W。
- [0013] 进一步地,步骤(2)中,所述酶为木聚糖酶。
- [0014] 进一步地,步骤(2)中,所述灭酶活温度为100-120℃。
- [0015] 与现有技术相比,本发明具有如下有益效果:
  - [0016] 本发明前处理中,先通过双氧水和硫酸亚铁的作用,将茶叶中的重金属络合物进行破络,使重金属游离出来,再采用重金属絮凝剂吸附和富集茶叶中的重金属离子,将重金属离子从茶叶中分离出来,并用酶将重金属絮凝剂水解,使重金属从絮凝剂中分离释放出来,得含重金属的待测液,通过上述方法,使茶叶中重金属络合物转变为游离态重金属,克服了重金属络合物难以被检测的问题,提高了检测准确性,且由于不采用酸消解,得到的待测液不含酸,可用于酶联免疫检测法。
  - [0017] 本发明重金属絮凝剂为酸豆种子的提取物,其多糖含量超过80%,可吸附重金属,使重金属从茶叶中分离出来,同时本絮凝剂还能被酶降解,便于后续检测。采用此方法进行前处理,可将重金属提取完全,得到温和的待测液,操作起来安全、环保、简便、准确。

### 【具体实施方式】

- [0018] 以下结合实施例对本发明的具体实施方式做进一步说明。
- [0019] 实施例1
  - [0020] 本实施例一种茶叶重金属含量的准确检测方法,包括以下步骤:
    - [0021] (1) 样品前处理:将待测茶叶粉碎至60目,加入8倍量的水中,300W超声处理30min,得处理液,将处理液pH调整为3,加入所述处理液重量2%的质量分数为30%的双氧水、4%的1mol/L的硫酸亚铁,搅拌40min,将pH调整为7,接着加入所述处理液重量15%的重金属絮凝剂混合搅拌均匀,静置至絮状沉淀析出,离心,收集沉淀,用水洗涤至沉淀表面无粉末;所述重金属絮凝剂的制备方法为:将酸豆种子去种皮、磨碎,加入质量浓度为50%的柠檬酸溶液中煮沸,持续煮沸30min,冷却,静置至沉淀析出,过滤,将滤液浓缩至原体积的1/3后,加入质量浓度为70%的乙醇溶液,于0℃下静置6h,过滤,取沉淀用丙酮洗涤2次,冷冻干燥,即得所述重金属絮凝剂。
    - [0022] (2) 重金属待测液提取:向上述沉淀中加入所述沉淀重量1%的木聚糖酶,于45℃下水浴酶解至沉淀完全溶解,100℃灭酶活,即得待测液。
    - [0023] (3) 重金属含量检测:用酶联免疫检测法检测上述待测液的铅、铬、镉、铜含量。
- [0024] 实施例2
  - [0025] 本实施例一种茶叶重金属含量的准确检测方法,包括以下步骤:
    - [0026] (1) 样品前处理:将待测茶叶粉碎至80目,加入10倍量的水中,600W超声处理50min,得处理液,将处理液pH调整为4,加入所述处理液重量3%的质量分数为30%的双氧水、6%的1mol/L的硫酸亚铁,搅拌60min,将pH调整为8,接着加入所述处理液重量30%的重金属絮凝剂混合搅拌均匀,静置至絮状沉淀析出,离心,收集沉淀,用水洗涤至沉淀表面无粉末;所述重金属絮凝剂的制备方法为:将酸豆种子去种皮、磨碎,加入质量浓度为65%的柠檬酸溶液中煮沸,持续煮沸50min,冷却,静置至沉淀析出,过滤,将滤液浓缩至原体积的1/3后,加入质量浓度为80%的乙醇溶液,于5℃下静置8h,过滤,取沉淀用丙酮洗涤4次,冷

冻干燥,即得所述重金属絮凝剂。

[0027] (2) 重金属待测液提取:向上述沉淀中加入所述沉淀重量2%的木聚糖酶,于65℃下水浴酶解至沉淀完全溶解,120℃灭酶活,即得待测液。

[0028] (3) 重金属含量检测:用酶联免疫检测法检测上述待测液的铅、铬、镉、铜含量。

[0029] 实施例3

[0030] 本实施例一种茶叶重金属含量的准确检测方法,包括以下步骤:

[0031] (1) 样品前处理:将待测茶叶粉碎至70目,加入9倍量的水中,400W超声处理40min,得处理液,将处理液pH调整为3.5,加入所述处理液重量2.5%的质量分数为30%的双氧水、5%的1mol/L的硫酸亚铁,搅拌50min,将pH调整为8,接着加入所述处理液重量25%的重金属絮凝剂混合搅拌均匀,静置至絮状沉淀析出,离心,收集沉淀,用水洗涤至沉淀表面无粉末;所述重金属絮凝剂的制备方法为:将酸豆种子去种皮、磨碎,加入质量浓度为60%的柠檬酸溶液中煮沸,持续煮沸40min,冷却,静置至沉淀析出,过滤,将滤液浓缩至原体积的1/3后,加入质量浓度为75%的乙醇溶液,于3℃下静置7h,过滤,取沉淀用丙酮洗涤3次,冷冻干燥,即得所述重金属絮凝剂。

[0032] (2) 重金属待测液提取:向上述沉淀中加入所述沉淀重量1.5%的木聚糖酶,于60℃下水浴酶解至沉淀完全溶解,110℃灭酶活,即得待测液。

[0033] (3) 重金属含量检测:用酶联免疫检测法检测上述待测液的铅、铬、镉、铜含量。

[0034] 对照组1:样品前处理:将待测茶叶粉碎至60目,加入8倍量的水中,300W超声处理30min,得处理液,加入所述处理液重量15%的重金属絮凝剂混合搅拌均匀,静置至絮状沉淀析出,离心,收集沉淀,用水洗涤至沉淀表面无粉末;其他步骤均与实施例1相同。

[0035] 对照组2:采用电感耦合等离子体质谱分析法检测,采用的前处理方法为湿法消化法。

[0036] 实施例1、对照组1、对照组2均检测同一批某市售绿茶,对比检测结果,结果见表1:

[0037] 表1铅、铬、镉、铜、砷的含量

[0038]

项目/组别	实施例 1 (mg/kg)	对照组 1 (mg/kg)	对照组 2 (mg/kg)
铅	0.81	0.74	0.75
铬	0.09	0.08	0.08
镉	0.40	0.33	0.30
铜	0.46	0.25	0.23
砷	0.01	0.01	0.01

[0039] 从表1可知,本发明方法检测得到的重金属含量高于对照组1(不将重金属络合物转化成游离态),也高于对照组2(传统方法),因此,准确性更高,且前处理不需引入强酸,安全、环保,便于操作。

[0040] 上述说明是针对本发明较佳可行实施例的详细说明,但实施例并非用以限定本发

明的专利申请范围,凡本发明所提示的技术精神下所完成的同等变化或修饰变更,均应属于本发明所涵盖专利范围。

专利名称(译)	一种茶叶重金属含量的准确检测方法		
公开(公告)号	<a href="#">CN109374880A</a>	公开(公告)日	2019-02-22
申请号	CN201811162484.4	申请日	2018-09-30
[标]申请(专利权)人(译)	广西驰胜农业科技有限公司		
申请(专利权)人(译)	广西驰胜农业科技有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	广西驰胜农业科技有限公司		
[标]发明人	谢宗宜		
发明人	谢宗宜		
IPC分类号	G01N33/53 G01N1/28 G01N1/34		
CPC分类号	G01N33/53 G01N1/286 G01N1/34		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a>	<a href="#">Sipo</a>	

**摘要(译)**

本发明公开了一种茶叶重金属含量的准确检测方法，涉及食品重金属检测技术领域。所述方法为：先将待测茶叶粉碎后加入水中超声处理，接着加入双氧水和硫酸亚铁处理，最后加入重金属絮凝剂析出沉淀，并向沉淀中加入木聚糖酶，水浴酶解至沉淀完全水解，得待测液，用酶联免疫检测法检测待测液的铅、铬、镉、铜含量。本发明通过优化前处理方法，得到不含酸的待测液，安全环保，可用于酶联免疫检测法，且检测结果准确。

项目/组别	实施例1 (mg/kg)	对照组1 (mg/kg)	对照组2 (mg/kg)
铅	0.81	0.74	0.75
铬	0.09	0.08	0.08
镉	0.40	0.33	0.30
铜	0.46	0.25	0.23
砷	0.01	0.01	0.01