

ICPMS-2030 测定葡萄酒中的无机元素含量

ICPMS-054

摘要：参考标准《葡萄酒中无机元素测定方法》(QB/T 4851-2015)，使用岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定葡萄酒中的无机元素含量，并进行加标回收率验证。实验结果表明，该方法线性范围宽，灵敏度高，定量准确，可满足葡萄酒中无机元素含量的测定要求。

关键词：葡萄酒 ICPMS-2030 无机元素

葡萄酒是以葡萄为原料酿造的果酒，深受人们喜爱，中国是葡萄酒的消费大国，葡萄酒销售量逐年递增。葡萄酒酒精含量介于啤酒和白酒之间，其营养丰富，富含氨基酸、维生素和人体必需的微量元素等营养物质，具有保健作用。葡萄酒的无机元素种类和含量不仅影响消费者的健康，而且对于维持葡萄酒品质也具有重要作用。因此，对葡萄酒中的微量元素进行测定，对于了解葡萄酒质量和特点具有重要意义。ICPMS 是分析葡萄酒中无

机元素的有利工具，标准《葡萄酒中无机元素测定方法》(QB/T 4851-2015) 为葡萄酒中无机元素的测定提供了依据。

本文采用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 测定葡萄酒样品中的无机元素含量，具有线性范围宽，灵敏度高，可满足葡萄酒中多种无机元素同时测定要求等优点。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥后备用；实验所用的 HNO_3 纯度为电子级，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

准确移取 5 mL 某品牌葡萄酒样品于聚四氟乙烯微波消解罐中，加入 5 mL HNO_3 ，先置于电热板上低温预消解至黄色烟雾消失，然后盖上消解罐盖，放入微波消解仪消解，按标准推荐的升温程序进行消解，冷却至室温，打开消解罐，将消解液转移至 25 mL 塑料容量管中，用 1% HNO_3 定容至刻度线，摇匀，待测。

1.4 仪器参数

等离子体参数：

高频功率：1.2 kW

辅助气流速：1.1 L/min

炬管类型：Mini

雾化室：旋流

采样深度：5.0 mm

等离子体气流速：8.0 L/min

载气流速：0.7 L/min

雾化器类型：同心

雾室温度：5°C

高频频率：27.12 MHz

碰撞池参数：

碰撞气种类：He

池电压：-21 V

碰撞气流速：6.0 mL/min

能量过滤器电压：7.0 V

结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

配制介质为 1% HNO₃ 的各种元素系列标准溶液于 50 mL 塑料容量管中，配制浓度如表 1 所示。根据标准方法，采用在线加内标，内标元素为 ¹¹⁵In，浓度为 100 μg/L。

表1 标准溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	标准曲线浓度(μg/L)					
		Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
Ba	137	0	25	50	100	250	--
Cd	111	0	2.5	5.0	10	25	50
Co	59	0	2.5	5.0	10	25	50
Cr	52	0	2.5	5.0	10	25	50
Cu	63	0	2.5	5.0	10	25	50
Ga	69	0	5.0	10	25	50	100
Li*	7	0	2.5	5.0	10	25	50
Mo	95	0	2.5	5.0	10	25	50
Ni	60	0	2.5	5.0	10	25	50
Pb	206	0	2.5	5.0	10	25	50
Sb	121	0	2.5	5.0	10	25	50
Sr	88	0	25	50	100	250	500
Sn	118	0	2.5	5.0	10	25	50
V	68	0	2.5	5.0	10	25	50

注：*为不使用氦气碰撞模式

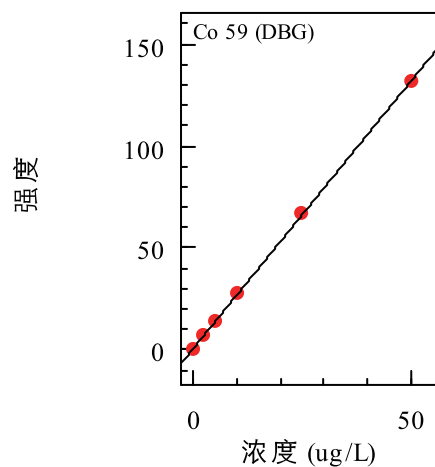


图1 Co元素的标准曲线 $r=0.99993$

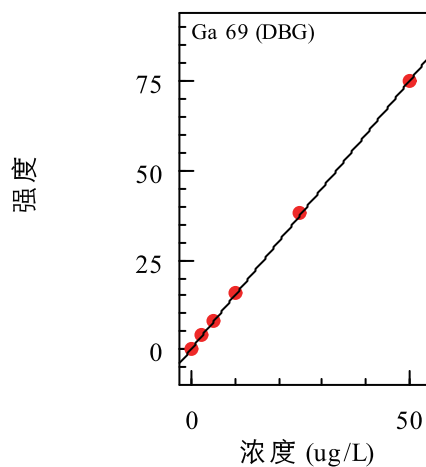


图2 Ga元素的标准曲线 $r=0.99991$

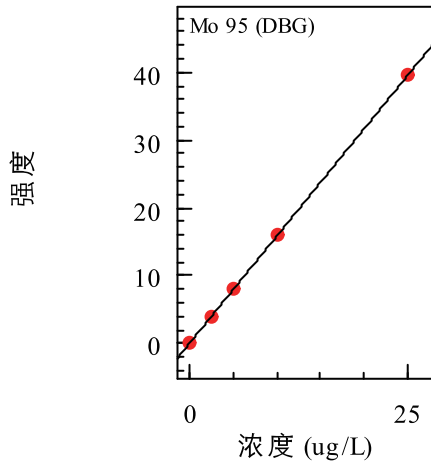


图3 Mo元素的标准曲线 $r=0.99998$

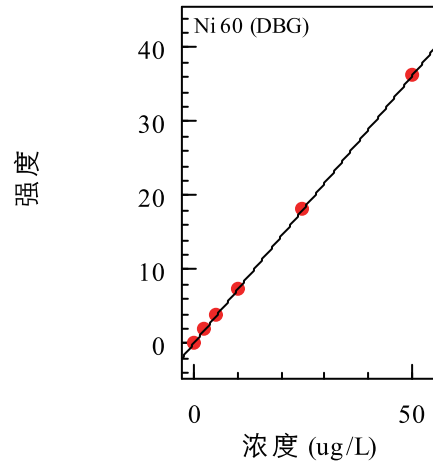


图4 Ni元素的标准曲线 $r=0.99998$

2.3 部分元素质量轮廓图

质谱分析中存在着同量异位素干扰、多原子离子干扰、氧化物干扰、双电荷离子干扰和基体干扰等。ICPMS-2030 的八极杆碰撞池可通过引入氦气碰撞来有效地消除干扰。另外，岛津 LabSolutions ICPMS 软件具有独特的“诊断助手”功能，可根据各元素的质量灵敏度、等效背景浓度、干扰情况等因素进行综合判断，可提高分析效率并保证结果的准确性。

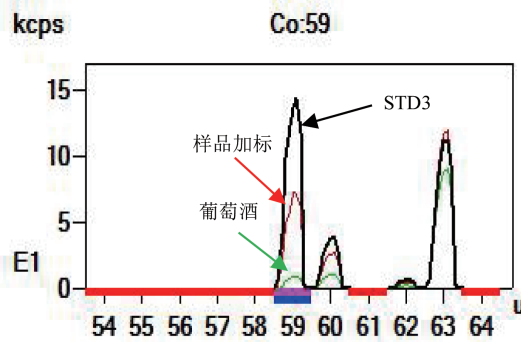


图5 Co元素的质量轮廓图

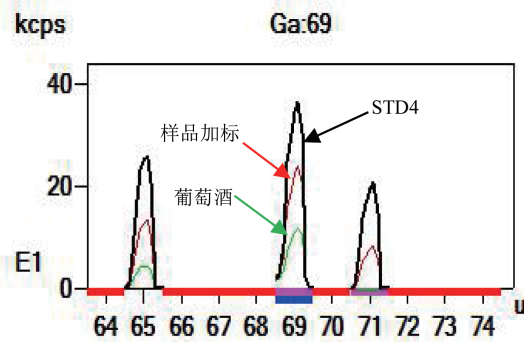


图6 Ga元素的质量轮廓图

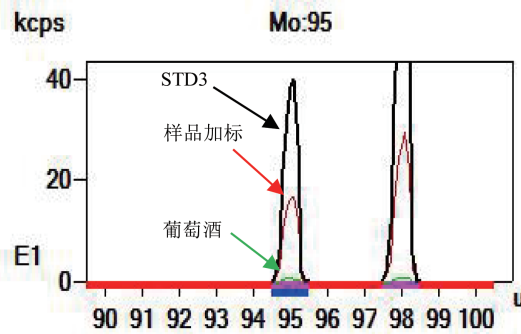


图7 Mo元素的质量轮廓图

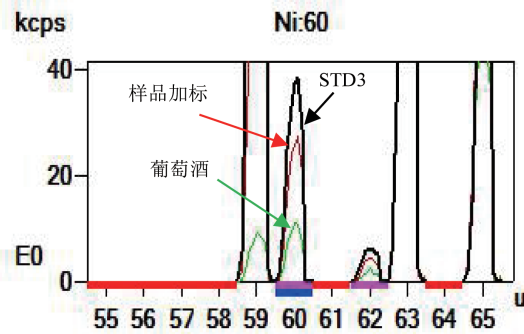


图8 Ni元素的质量轮廓图

2.4 方法检出限

按照实验方法对标准曲线空白的分析元素进行 11 次测定，以 3 倍的标准偏差除以标准曲线斜率得到仪器检出限，按取样量 5 mL，定容为 25 mL 计算方法检出限，结果列于表 2。

表2 方法检出限

元素	仪器检出限($\mu\text{g/L}$)	方法检出限($\mu\text{g/L}$)
Ba	0.068	0.340
Cd	0.005	0.025
Co	0.018	0.090
Cr	0.025	0.125
Cu	0.090	0.450
Ga	0.025	0.125
Li*	0.007	0.035
Mo	0.010	0.05
Ni	0.026	0.13
Pb	0.005	0.025
Sb	0.004	0.020
Sn	0.025	0.125
Sr	0.111	0.56
V	0.016	0.080

注：*为不使用氦气碰撞模式

2.5 样品分析及加标回收率

使用 ICPMS-2030 测定葡萄酒样品中的多种无机元素含量，并进行加标回收实验。实验结果见表 3。

表3 葡萄酒分析结果

元素	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	样品浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	RSD(%) (n=3)	加标回收率 (%)
Ba	34.6	173	100	140	0.38	105
Cd	N.D.	N.D.	5	4.89	0.81	98
Co	0.392	1.96	5	5.38	2.11	100
Cr	3.14	15.7	5	7.76	0.54	92
Cu	8.34	41.7	20	25.7	1.50	87
Ga	15.2	76.0	20	32.9	0.57	89
Li*	0.749	3.75	5	5.35	4.21	92
Mo	0.644	3.22	20	21.6	0.95	105
Ni	2.93	14.65	5	7.51	0.91	92
Pb	2.10	10.5	20	23.8	1.38	109
Sb	N.D.	N.D.	5	5.13	0.73	103
Sn	4.24	21.2	5	9.05	1.42	96
Sr	163	765	100	254	0.50	91
V	1.12	5.6	5	5.91	0.36	96

注：1、*为不使用氦气碰撞模式；2、N.D.表示未检出

■ 结论

使用岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定了葡萄酒样品中的 14 种无机元素含量。实验结果表明，各元素的标准曲线线性良好 ($r>0.999$)，加标回收率在 87~109% 之间，测试精密度好 ($RSD<4.5\%$)，完全满足葡萄酒中无机元素的定量分析要求。