

ICPMS-2030 测定茶叶中多种微量元素的含量

ICPMS-029

摘要：参考 GB5009.268-2016《食品安全国家标准食品中多元素的测定》标准，采用微波消解前处理方法，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了茶叶中的多种微量元素含量。实验结果表明，各元素线性关系良好的，相关系数均大于 0.9998，使用物标准物质 GBW08505 进行验证，元素的测定值与标准值吻合，样品测定 RSD 小于 4%，该方法各元素仪器检出限为 0.0008~0.2 μg/L。该方法操作简单快速，精密度好，准确度高，可适于茶叶样品中的微量元素测定。

关键词：食品安全 茶叶 ICPMS-2030 微量元素

中国是世界上主要产茶国和茶叶出口国之一，茶叶在我国具有悠久的历史 and 深刻的文化内涵，茶叶的质量安全不仅关系到消费者的身体健康，也关系到我国茶产业的发展与壮大。近年来，茶叶中的微量元素含量问题受到越来越多的关注。

微量元素对人体的生理调控起着重要作用。例如 Cu 广泛分布在动物组织上，参与创造红细胞和血红蛋白，同时与代谢有关，是血红蛋白的活化剂，参与许多酶的代谢；V 在人体中刺激骨髓造血、降血压、促生长，

参与胆固醇和脂质及辅酶代谢；Co 是维生素 B12 的组成成分，具有刺激造血的功能，能一直细胞内很多重要呼吸酶，引起细胞缺氧，促进红细胞生成素合成增多；Sr 是亲骨性元素，是人体骨骼和牙齿的正常组成成分，起到生骨壮骨的作用。

本文参考 GB5009.268-2016《食品安全国家标准食品中多元素的测定》标准，采用岛津新品电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 结合微波消解前处理方法，测定了茶叶中的多种微量元素含量。

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

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO₃ 为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

称取 0.4 g (精确到 0.001 g) 试样于聚四氟乙烯微波消解罐中，加入 5 mL HNO₃，旋紧罐盖，放置 1 h，按照微波消解仪的标准操作步骤进行消解 (消解条件见表 1)。冷却后取出，缓慢打开罐盖排气，将高压消解罐放入控温电热板上，于 100℃ 赶酸。消解罐取出放冷，将消化液转移至 50 mL 容量瓶中，用少量水分 3 次洗涤消解罐，洗液合并于容量瓶中，加入 Au 稳定液，定容至刻度，混匀备用；同时做试剂空白。

表1 微波消解程序

步骤	控制温度/℃	升温时间/℃	恒温时间/min
1	120	5	5
2	140	5	10
3	180	5	10

1.4 仪器参数

等离子体参数:	雾化器类型: 同轴
高频功率: 1.20 kW	雾化室温度: 5°C
辅助气流速: 1.10 L/min	高频频率: 27.12 MHz
炬管类型: Mini	碰撞池参数:
雾化室: 旋流	碰撞气种类: He
采样深度: 5.0 mm	池电压: -21 V
等离子体气流速: 8.0 L/min	碰撞气流速: 6.0 mL/min
载气流速: 0.70 L/min	能量过滤器电压: 7.0 V

■ 结果与讨论

2.1 校准曲线溶液配制

使用 HNO₃ 溶液 (95+5) 配制 As、Ba、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Mn、Mo、Ni、Pb、Sn、Sb、Sr、Ti、Tl、V、Zn 混合标准溶液 (含 50 µg/L 的内标 Ge、Re、Rh、Sc)。在线内标分流比为 1:1。配制浓度如表 2 所示。

表2 标准溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	Unit	校准曲线浓度(µg/L)					
			STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
As	75	µg/L	0.00	0.10	0.50	2.00	5.00	20.00
Ba	137	µg/L	0.00	0.50	2.00	20.00	50.00	200.00
Cd	111	µg/L	0.00	0.10	0.50	5.00	20.00	50.00
Co	59	µg/L	0.00	0.10	0.50	5.00	20.00	50.00
Cr	52	µg/L	0.00	0.10	0.50	5.00	20.00	50.00
Cu	63	µg/L	0.00	0.50	5.00	20.00	50.00	500.00
Fe	56	µg/L	0.00	5.00	200.00	500.00	2000.00	5000.00
Mn	55	µg/L	0.00	0.10	2.00	5.00	20.00	200.00
Mo	95	µg/L	0.00	0.10	0.20	2.00	5.00	20.00
Ni	60	µg/L	0.00	0.10	2.00	5.00	20.00	200.00
Pb	206	µg/L	0.00	0.10	0.50	2.00	5.00	20.00
Sb	123	µg/L	0.00	0.10	0.50	5.00	20.00	50.00
Sn	118	µg/L	0.00	0.10	0.20	0.50	2.00	20.00
Sr	88	µg/L	0.00	0.10	2.00	5.00	20.00	200.00
Ti	48	µg/L	0.00	0.10	0.20	5.00	50.00	500.00
Tl	205	µg/L	0.00	0.10	0.50	2.00	5.00	20.00
V	51	µg/L	0.00	0.10	0.50	2.00	5.00	50.00
Zn	66	µg/L	0.00	0.10	2.00	20.00	200.00	500.00

注: 所有元素均使用氦气碰撞模式

2.2 部分元素校准曲线如下：

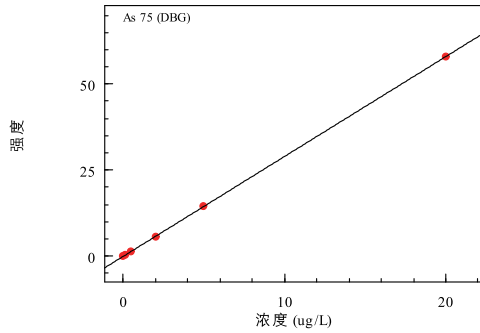


图1 As元素的校准曲线 $r=1.0000$

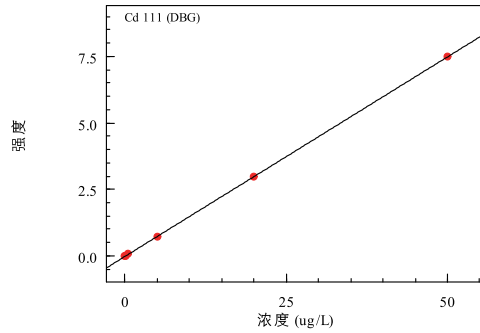


图2 Cd元素的校准曲线 $r=1.0000$

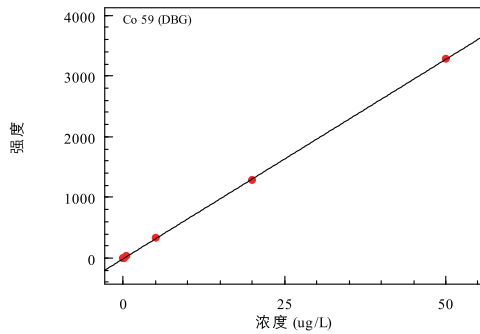


图3 Co元素的校准曲线 $r=1.0000$

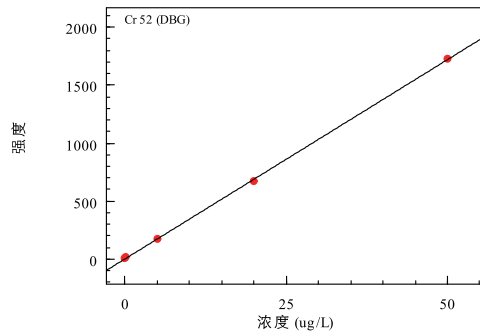


图4 Cr元素的校准曲线 $r=0.9999$

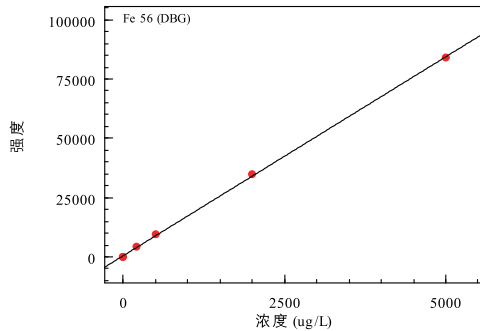


图5 Fe元素的校准曲线 $r=0.9998$

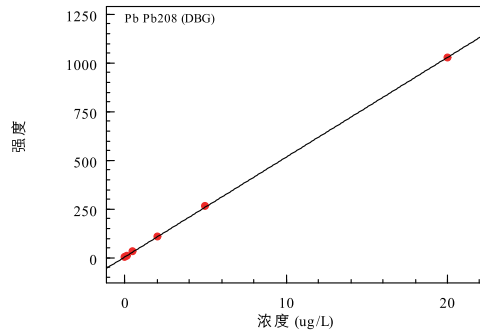


图6 Pb元素的校准曲线 $r=1.0000$

2.3 部分元素质量轮廓图

质谱分析存在着同量异位素干扰、多原子离子干扰、难熔氧化物干扰、双电荷离子干扰和基体干扰等多种类型的干扰因素。ICPMS-2030 的八极杆碰撞池通过引入氦气碰撞，可以有效地消除干扰。当分析结果异常，需要经验去识别甄选时，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、干扰情况等因素综合判断，对结果做出“Best”，“Good”和“NG”的判断，并给出相应的诊断依据，可大大提高分析效率并保证分析结果的准确性。

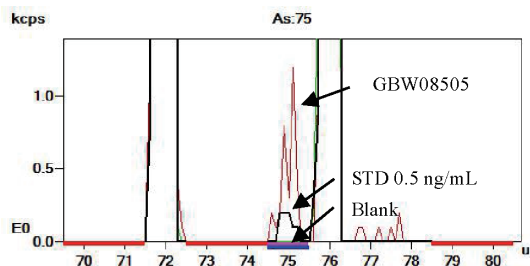


图7 As元素质量轮廓图

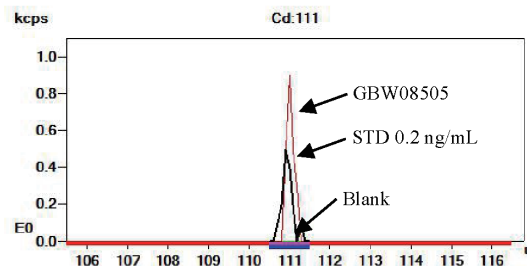


图8 Cd元素质量轮廓图

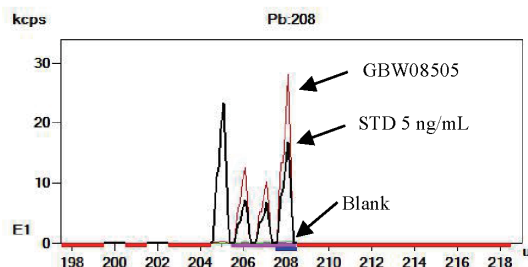


图9 Pb元素质量轮廓图

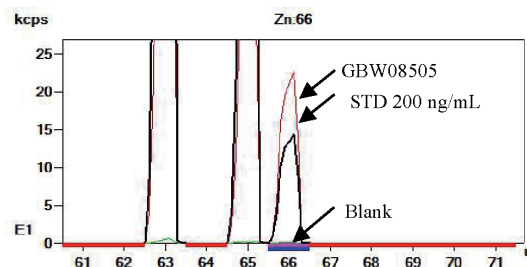


图10 Zn元素质量轮廓图

2.4 质控分析结果及检出限

使用 ICPMS-2030 直接测定茶叶中微量元素的含量。对样品空白的分析元素进行 10 次测定，计算各元素的方法检出限，同时对 GBW08505 标准物质进行多元素分析。实验结果见表 4。

表4 样品分析结果

元素	校正 内标	样品标准值 (mg/kg)	样品测定值 (mg/kg)	仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	GB 5009.268-2016 检出限 ($\mu\text{g/L}$)	方法检出限 ($\mu\text{g/kg}$)	RSD(% (n=3))
As	^{72}Ge	0.191±0.027	0.213	0.006	0.5	0.75	1.13
Ba	^{103}Rh	15.7±1.9	15.0	0.042	50	5.25	2.48
Cd	^{103}Rh	0.032±0.005	0.041	0.001	0.5	0.13	0.34
Co	^{72}Ge	0.18±0.02	0.165	0.003	0.3	0.38	1.07
Cr	^{45}Sc	0.8±0.03	0.78	0.015	20	1.88	3.54
Cu	^{72}Ge	17.3±1.8	16.2	0.124	20	15.50	0.02
Fe	^{45}Sc	264±15	270	0.063	300	7.88	0.63
Mn	^{45}Sc	766±28	750	0.012	30	1.50	3.22
Mo	^{103}Rh	-	0.026	0.014	3	1.75	2.94
Ni	^{72}Ge	7.61±0.48	7.50	0.074	50	9.25	0.42
Pb	^{185}Re	1.06±0.1	1.10	0.017	5	2.13	3.00
Sb	^{103}Rh	0.037±0.003	0.038	0.005	3	0.63	3.29
Sn	^{103}Rh	-	-	0.228	3	28.50	-
Sr	^{103}Rh	10.8±1.8	10.4	0.007	50	0.88	1.97
Ti	^{45}Sc	24±4	20	0.037	5	4.63	3.32
Tl	^{185}Re	-	0.009	0.0008	0.03	0.10	1.36
V	^{45}Sc	-	0.596	0.003	0.5	0.38	0.51
Zn	^{72}Ge	38.7±3.9	40.0	0.123	200	15.38	0.81

■ 结论

参考 GB5009.268-2016《食品安全国家标准食品中多元素的测定》标准，采用微波消解前处理方法使用岛津公司新品 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定了茶叶中的多种微量元素。该方法具有灵敏度高，各元素仪器检出限为 0.0008~0.2 μg/L，精密度高，RSD% 低于 4%，准确度好，元素的测定值与 GBW08505 标准值吻合，可适于茶叶样品的中微量元素的测定。