

使用Hansel iQuad 2300 ICP-MS 直接进 样测试茶饮料中的22种 元素

作者 仵文旺 衡昇质谱（北京）仪器有限公司

iQuad 2300 型ICP-MS直接进样测试
茶饮料的22种元素的方法学探究



前言

随着工业化和城市化进程的加速，环境污染、食品安全及人体健康等问题日益受到关注，对痕量及超痕量元素的高效、精准检测需求愈发迫切。

ICP-MS 技术凭借其高灵敏度（可达 ppt 级）、多元素同步分析能力（一次进样可检测数十种元素）以及宽动态线性范围（覆盖 9 个数量级），已成为元素分析领域的核心工具。ICP-MS 通过结合等离子体高温电离与质谱精准分离特性，可有效克服传统原子吸收光谱（AAS）单元素检测效率低、电感耦合等离子体发射光谱（ICP-OES）检出限不足等局限性。

近年来，ICP-MS 的应用场景不断拓展。有研究^[1]提供了美国市场上销售的多种茶叶中关键金属污染状况的重要数据，强调了饮茶作为金属暴露途径的重要性，特别是铝和铬，并指出需要关注浸泡液铝超标问题以及茶叶铬含量的监管现状。

本工作以较为流行的市售茶饮料样品，测试二十多种元素含量，探究 iQuad 2300 型 ICP-MS 测试酸化直接进样茶饮料的可行性。

本研究基于 ICP-MS 技术，针对该典型样品中 22 种元素探索方法学的可靠性。重点验证方法的检出限、准确度，尤其是元素在连续测试时的加标稳定性。通过预实验，我们排除了含量超过 100ppb 的 Al, Mn, Na 等元素，因为这些元素的测试不存在困难。

实验部分

样品和试剂

G3 硝酸，超纯水

元素标准溶液

元素标液：100ppm 的元素混标，Li, B, Hg, Ga, Rh, Re, Au 元素单标（1000ppm）

最终配成 $\mu\text{g/ml}$ 的 22 元素混标（Hg 为 1ppm）。

样品处理

取样品 19.8ml，加入 0.2ml 硝酸，金标 4 μl ，与混标 20 μl -200 μl ，得到样品溶液与 10-50 $\mu\text{g/l}$ 的样品加标溶液。以 200 $\mu\text{g/l}$ 的金元素的 1%硝酸溶液作为空白，制备 100ml 40 $\mu\text{g/l}$ 的样品加标溶液。

备注：Hg 元素由于记忆效应，样品溶液加标浓度比其他元素低十倍，下文不再赘述。

仪器与方法关键参数

使用 Hansel iQuad 2300 型 ICP-MS 进行分析，软件的自动调谐优化。

表 1 2300 ICP-MS 运行条件

参数	数值
RF 功率 (W)	1500
采样深度 (mm) ^a	9.5
提取透镜电压 (V)	-120
等离子体气流量(L/min)	15
氦气流速 (mL/min)	5
进样方式	三通蠕动泵进样
雾化器类型	玻璃同心雾化器
CeO/Ce	小于0.6%
ArAr78背景	<5cps
典型方法灵敏度	Co > 50000 cps/ppb

a 此处采样深度的含义是：样品锥锥口与线圈之间的距离

结果与讨论

如图 1，篇幅所列举部分元素。标准加入法，由软件自动推算出线性。

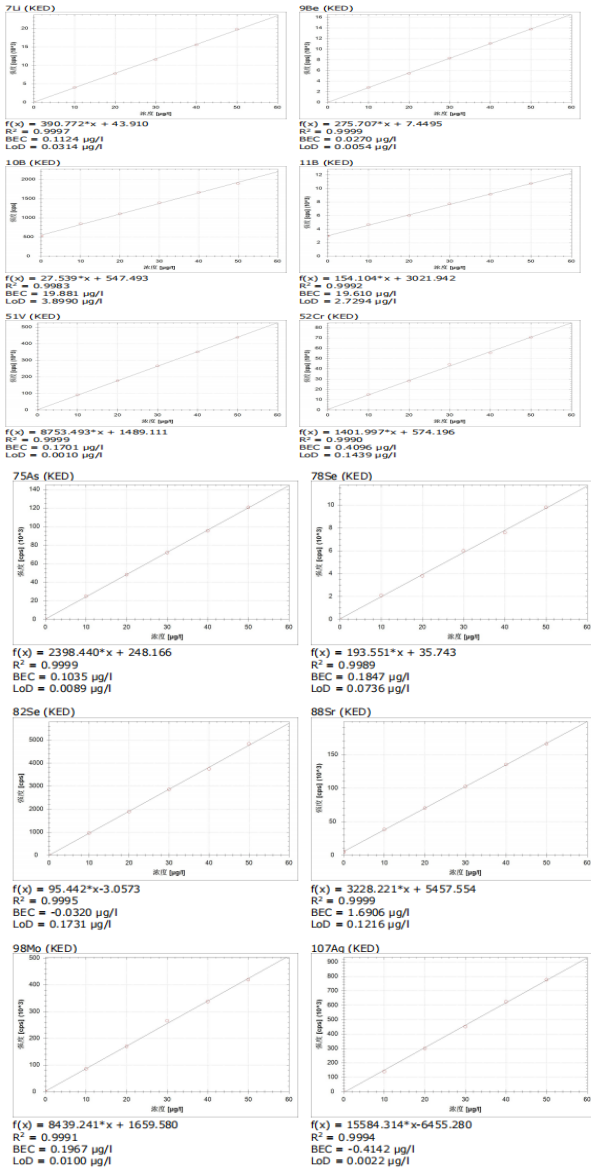


图 1：部分元素线性图

我们连续测试 40µg/l 的样品加标溶液 64 次，期间未进行任何清洗，计算样品的加标回收率以此，来评估这种不稀释样品方式的方法稳定性。

22 种元素的加标回收率在所有测试数据中，均稳定在 84%-112% 区间内。如图 2 所示。

一般而言，本底越高，数据波动越大。本数据充分说明了 iQuad 2300 直接进样测试茶水类饮料样品的可靠性，为其他 ICP-MS 仪器型号提供了参考。

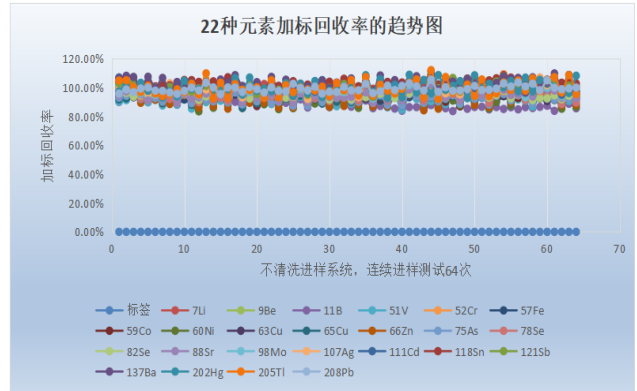


图 2：样品的加标回收率趋势图

值各个元素的含量加标回收率，方法检出限与重复性总结如下表 2：

同位素	样品含量 µg/l	方法检出限 µg/l	加标回收率平均值	重复性	重复性相对差原因
7Li	0.112	0.031	100%	1.6%	
9Be	0.027	0.005	96%	1.7%	
11B	19.610	2.729	88%	3.1%	
51V	0.170	0.001	91%	3.0%	
52Cr	0.410	0.144	96%	3.5%	
57Fe	4.076	0.357	93%	1.9%	
59Co	1.052	0.058	92%	3.1%	
60Ni	14.516	0.210	92%	4.8%	本底高
63Cu	5.728	0.287	94%	1.8%	Cu63灵敏度更高
65Cu	5.415	0.372	92%	3.2%	
66Zn	38.907	1.455	94%	5.8%	本底高
75As	0.103	0.009	92%	2.6%	
78Se	0.185	0.074	95%	3.3%	78可能存在非ArAr干扰
82Se	<0.173	0.173	95%	2.1%	
88Sr	1.691	0.122	95%	3.3%	
98Mo	0.197	0.010	99%	3.5%	
107Ag	<0.002	0.002	100%	3.5%	
111Cd	0.085	0.007	101%	3.5%	
118Sn	<0.013	0.013	104%	2.1%	
121Sb	0.008	0.007	101%	3.2%	
137Ba	1.533	0.044	103%	4.1%	内标不是最佳
202Hg	<0.008	0.008	100%	4.5%	
205Tl	0.259	0.006	100%	4.9%	
208Pb	0.005	0.006	99%	2.3%	

表 2 测试数据汇总简表，（方法检出限：由软件估算得到）

表 2 中：连续测试，加标回收率的 RSD 超过 4% 的元素原因大致类：① Ni 与 Zn 的本底较高；② Ba, Hg 与 Tl 是因为 Rh 与 Re 校正作用有限，我们发现其 RSD 与内标不校正时的值是近似的。

此外，我们观察到：Cu63 的 1.8% 稳定性优于 Cu65 的 3.2%，这显然是灵敏度的影响。一个有意思的数据是：Se78 的稳定性 3.3%，反而不如灵敏度更低 Se82 的 2.1%，可能的原因有二^[2]：

- ① 样品中较高含量的 Zn，形成了 ZnN (64+14) 与 ZnC (66+12)，质谱干扰在测试过程中存在波动；
- ② Se82 虽然与 Se78 质荷比接近，但是恰好隔着 ArAr80 这个基体离子，78 可能受到更多的影响。

结论

本工作证明了衡昇 iQuad 2300 型 ICP-MS 直接测试茶水类饮料的优异稳定性。适合同类型基体，比如口服液类药物，中药注射液等样品的直接进样，这大大简化了操作流程，并降低了污染。

参考资料

1. Letuzia M. de Oliveira, Suchismita Das, Evandro B. da Silva, Peng Gao, Julia Gress, Yungen Liu, & Lena Q. Ma. (2018). Metal concentrations in traditional and herbal teas and their potential risks to human health. *Science of the Total Environment*, 633, 649-657
2. May, Thomas W., and Ray H. Wiedmeyer. A Table of Polyatomic Interferences in ICP-MS.