

电感耦合等离子体质谱法同时测定“驱毒茶”中21种元素的含量

朱峻逸*

(百色市食品药品检验所, 百色 533000)

摘要: 目的 建立电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)同时测定“驱毒茶”[以四数九里香(*Murraya tetramera* Huang)为原料的代用茶]中21种元素含量的方法。**方法** 样品先经酸消化后,微波消解,赶酸后上机,其他条件为:等离子体入射功率1300 W;载气氩气流速13.4 L/min;碰撞池氦气流量1.2 L/min;采样深度3.0 cm;雾化室温度25 °C;蠕动泵泵速0.4 r/s。**结果** 钾、钙、镁、钠、铁、锶、锰、铝、铬、硼、镍、钡、钒、钛、锌、硒、钴、铅、铜、砷、镉检测质量浓度线性范围均为0~500 μg/L,各标准曲线相关系数 $r \geq 0.9992$,定量限为0.3483~9.9262 μg/L。精密度、稳定性、重复性实验的相对标准偏差小于等于3.45%,加样回收率为96.30%~101.13%,相对标准偏差为0.67%~2.45% ($n=6$)。样品中铁、镁、钾、锰、硼、钙的含量较高。**结论** 该方法效率高,可同时测定“驱毒茶”中21种无机元素的含量。“驱毒茶”中常量元素含量较高,微量元素种类也很丰富。

关键词: 电感耦合等离子体质谱法;微波消解法;“驱毒茶”;四数九里香;元素

Simultaneous determination of 21 kinds of elements in “Qudu Tea” by inductively coupled plasma mass spectrometry

ZHU Jun-Yi*

(Baise Institute for Food and Drug Control, Baise 533000, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the simultaneous determination of 21 kinds of elements in “Qudu Tea” (a substitute tea with *Murraya tetramera* Huang as the raw material) by inductively coupled plasma mass spectrometry method (ICP-MS). **Methods** The samples were digested by acid firstly and then by microwave digestion, after the acid was driven out, the samples were loaded on the computer, other conditions were as follows: Plasma incident forward power was 1300 W; the flow rate of carrier gas argon was 13.4 L/min; the flow rate of helium in collision pool was 1.2 L/min; sampling depth was 3.0 cm; atomizing chamber temperature was 25 °C; and the pump speed of peristaltic pump was 0.4 r/s. **Results** The linear ranges of the detected mass concentrations of potassium, calcium, magnesium, sodium, iron, strontium, manganese, aluminum, chromium, boron, nickel, barium, vanadium, titanium, zinc, selenium, cobalt, lead, copper, arsenic and cadmium were all 0–500 μg/L, the correlation coefficient r of each standard curve was greater than or equal to 0.9992, and the limits of detection were 0.3483–9.9262 μg/L. The relative standard deviations of precision, stability and repeatability experiments were less than or equal to 3.45%, the recovery rates of spiked samples were 96.30%–101.13%, and the relative standard

*通信作者: 朱峻逸, 工程师, 主要研究方向为食品药品检验检测。E-mail: 252479511@qq.com

*Corresponding author: ZHU Jun-Yi, Engineer, Shilong Avenue, Yinglong Block, Youjiang District, Baise, Guangxi 533000, China. E-mail: 252479511@qq.com

deviations were 0.67%–2.45% ($n=6$). The content of iron, magnesium, potassium, manganese, boron and calcium in the samples was high. **Conclusion** This method has high efficiency and can be used to simultaneously determine the content of 21 kinds of inorganic elements in “Qudu Tea”. “Qudu Tea” has a high content of major elements and a rich variety of trace elements.

KEY WORDS: inductively coupled plasma mass spectrometry; microwave digestion; “Qudu Tea”; *Murraya tetramera* Huang; elements

0 引言

四数九里香(*Murraya tetramera* Huang)是一种落叶乔木, 全株有特殊芳香气味, 主产于我国广西西部(百色、德保等地)、云南东南部(砚山、富宁、文山、西畴等地), 其为芸香科被子植物门双子叶植物纲九里香属植物, 具有很好的食用、药用和园林绿化观赏价值^[1]。历版《中国药典》均未收录四数九里香, 但其已经收录在《广西壮族自治区壮药质量标准》中, 而且在壮族的整个发展过程中起到了重要的作用, 特别是在广西和云南地区的疾病治疗和日常生活中被广泛使用。据记载, 全年可采收其叶或带叶嫩枝入药, 其微苦性平, 具有祛风解表、行气止痛、活血散瘀等功效, 可用于治疗感冒胸痛、跌打损伤、风湿痹痛、头疼发热、咳嗽、支气管炎、气喘、风湿麻木、筋骨痛、皮肤瘙痒、淤血肿毒、毒蛇咬伤、疟疾、胃痛、水肿^[2]等症。四数九里香茎叶香气浓郁、味辛辣清凉, 在广西民间有用四数九里香作茶饮的习惯, 饮用后具有防寒、驱毒以及提神醒脑的作用^[3], 故民间称之为“驱毒茶”, 实际上“驱毒茶”是以四数九里香为原料做成的代用茶。目前检测发现其含 11 种人体必需的常量元素(占人体质量 99.95%)、70 种微量元素(占人体质量的 0.05%), 其中 20 种元素具有特殊的生理功能, 特别是微量元素, 在机体的代谢中发挥着十分重要的作用。比如: 铁、锌、锶等微量元素均与人的生长发育、身体健康息息相关^[4–8]。目前大量的研究表明, 中草药中的微量元素含量与其药性、药效乃至安全性密切相关^[9–13], 因此, 研究中草药中的微量元素含量可以知道其相关的药性、药效及其服用安全性等问题。

电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)作为近几年兴起的一种检验检测分析无机元素的技术, 因其具有线性范围宽、精密度相对较高、能够同时测定多种元素等特点, 已被广泛应用于中草药中元素的测定^[14–18]。目前为止, 四数九里香的成分研究已有一些报道, 但四数九里香中多种相关元素含量情况还尚未有相关研究与报道。因此, 本研究采用电感耦合等离子体质谱法同时测定四数九里香中钾(K)、钙(Ca)、镁(Mg)、钠(Na)、铁(Fe)、锶(Sr)、锰(Mn)、铝(Al)、铬(Cr)、硼(B)、镍(Ni)、钡(Ba)、钒(V)、钛(Ti)、锌(Zn)、硒(Se)、钴(Co)、铅(Pb)、铜(Cu)、砷(As)、镉(Cd)这 21 种与人体

健康有关的元素及其含量, 为其质量控制提供重要参考, 也为进一步开发保健茶和药用茶研究提供相关科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料

“驱毒茶”购自广西四数九里香生物科技有限责任公司, 经过右江民族医学院黄元河教授鉴定为四数九里香(*Murraya tetramera* Huang)茎和叶。“驱毒茶”粉碎成细粉, 过 200 目筛, 烘干备用。

1.2 仪器与试剂

iCAPQ ICP-MS 光谱仪电感耦合等离子体质谱仪[赛默飞世尔科技(中国)有限公司]; AL104 型电子天平(瑞士 Mettler Toledo 公司); MARS 6 微波消解仪(美国 CEM 公司); EHD20-iTouch 赶酸仪(莱伯泰科有限公司); 明澈 Dirext-Q3 超纯水机(艾威仪器科技有限公司); CPA225D 分析天平[赛多利斯科学仪器(北京)有限公司]。

K、Ca、Mg、Na、Fe、Sr、Mn、Al、Cr、B、Ni、Ba、V、Ti、Zn、Se、Co、Pb、Cu、As、Cd 标准溶液(质量浓度均为 10 mg/L)、⁴⁵Sc、⁷⁴Ge、¹⁰³Rh、¹¹⁵In、¹⁸⁵Rh、²⁰⁹Bi 单元素标准溶液(浓度 10 mg/L, 美国 Thermo Fisher Scientific 公司); 65.0%–68.0%硝酸(优级纯, 沈阳西陇化工股份有限公司); 氢氟酸、氢氧化钠、30%过氧化氢(优纯级, 国药集团化学试剂有限公司); 本研究所用各种酸均经亚沸二次蒸馏后使用。

1.3 实验方法

1.3.1 样品处理

使用天平称取 0.3 g 样品后移至消解管中, 依次在消解管中加入 5.0 mL 硝酸、2.0 mL 过氧化氢和 1.0 mL 氢氟酸, 于 110 °C 预消解至无黄色烟雾为止。然后, 将消解管放入微波消解仪中, 与此同时选择相应的微波消解程序, 然后启动消解仪。结束后待消解管温度降至 55 °C 以下, 再将消解管置于 100 °C 赶酸仪中, 赶酸至液体呈无色或淡黄色后, 将溶液转移至 50 mL 容量瓶中用 1%硝酸溶液冲洗消解管 3 次并入容量瓶中, 用 1%硝酸溶液定容至刻度, 摇匀冷却至室温后直接在电感耦合等离子体质谱仪上进样分析检测。同时采用相同的方法处理标准品和对照试剂空白。

1.3.2 微波消解程序

消解功率: 3600 W; 15 min 升温到 190 °C, 保持 15 min,

再经 15 min 后降到室温。

1.3.3 标准品溶液、内标溶液和空白溶液的制备

标准品溶液制备: 用 3%硝酸溶液逐级稀释质量浓度为 10mg/L 的 K、Ca、Mg、Na、Fe、Sr、Mn、Al、Cr、B、Ni、Ba、V、Ti、Zn、Se、Co、Pb、Cu、As、Cd 标准溶液, 分别得到质量浓度为 5、10、20、50、100、200、500 $\mu\text{g/L}$ 的混合标准溶液。

内标溶液制备: 用 ^{45}Sc 、 ^{74}Ge 、 ^{103}Rh 、 ^{115}In 、 ^{185}Rh 、 ^{209}Bi 作为内标, 用 3%硝酸溶液配制成质量浓度为 1 $\mu\text{g/L}$ 的混合内标溶液。

空白溶液制备: 3%硝酸作为空白溶液。

1.3.4 ICP-MS 条件

具体的仪器参数为: 等离子体模式采用的是高灵敏模式; He 模式分析; 射频(radio frequency, RF)入射功率为 1300 W; 载气(氩气)流速为 13.4 L/min; 碰撞池氦气流量为 1.2 L/min; 采样深度为 3.0 cm; 雾化室温度为 25 $^{\circ}\text{C}$; 蠕动泵流速为 0.4 r/s; 分析时间为 5 s; 重复采样 3 次; 同时使用内标溶液在线加入法。

在上述电感耦合等离子体质谱法工作参数条件下, 依次使用该方法对混合标准系列溶液、试剂样品空白、样品处理后溶液和加入标准物质的样品处理后溶液进行测定, 由 ICP-MS 工作站软件分析相关数据, 仪器会自动绘制出各个元素的标准曲线, 并且计算出样品以及标准物质样品中各相对应元素的含量。

2 结果与分析

2.1 前处理优化

本研究对样品消解酸体系及微波工作参数进行了优化, 以完成消解时样品的状态和仪器响应基线的变化为依据来确定最佳参数。消解中溶液爆沸反应越小越好, 消解后样品颜色以无色透明澄清液体为最佳, 仪器响应基线波动越小则说明消解越彻底, 杂质干扰越小。

2.1.1 消解酸体系优化

本研究采用“硝酸+过氧化氢+氢氟酸”的体系, 其中硝酸呈黄绿色, 氢氟酸和过氧化氢均为无色透明液体, 不会带入任何可见杂质。在硝酸中加入过氧化氢和氢氟酸可使得酸解体系氧化性和溶解性增强, 样品分解能力进一步提升, 也能有效地去除带入的颜色, 同时溶解性增强也避免有些样品酸化后产生惰性, 造成无法分解的情况。这样就能较好地达到完全消解的目的。

2.1.2 酸使用量的优化

为优化酸的用量, 样品中分别加入 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 的硝酸、过氧化氢和氢氟酸, 然后于 200 $^{\circ}\text{C}$ 中消解 20 min(微波消解工作参数)。结果显示当加入 5.0 mL 硝酸、2.0 mL 过氧化氢、1.0 mL 氢氟酸时, 消解中溶液爆沸反应

最小, 消解后液体呈无色透明状, 仪器响应基线波动最小, 再增加用酸量仪器响应基线波动变大, 故此用酸配比为最佳。

2.1.3 微波消解温度优化

在样品中加入 5.0 mL 硝酸+2.0 mL 过氧化氢+1.0 mL 氢氟酸, 在微波消解中分别以 160、170、180、190、200 $^{\circ}\text{C}$ 的温度消解 20 min。结果显示在 190 $^{\circ}\text{C}$ 时, 溶液爆沸反应最小, 且消解后液体呈无色透明状。随着温度增加, 爆沸反应加剧且消解后液体颜色变为浅黄色, 故选择 190 $^{\circ}\text{C}$ 为最佳消解温度。

2.1.4 微波消解时间优化

在样品中加入 5.0 mL 硝酸+2.0 mL 过氧化氢+1.0 mL 氢氟酸, 在微波消解中以 190 $^{\circ}\text{C}$ 分别消解样品 5、10、15、20、25 min, 结果显示消解 15 min 时, 溶液颜色已经为无色透明, 且仪器响应基线波动最小, 延长消解时间也并无变化, 故 15 min 为最佳消解时间。

2.2 线性关系考察

ICP-MS 的动态线性范围较宽, 能够达到 7 个数量级。在优化后的仪器条件下采集一系列待测元素标准溶液, 然后由仪器自动绘制出标准曲线并给出线性关系。从结果中可以看出 21 种元素的标准曲线线性关系良好, 相关系数 r 均大于等于 0.9992, 见表 1。

2.3 定量限与检出限考察

首先使用移液枪分别精密量取 1.3.3 项下的空白对照溶液适量, 并按 1.3.4 下条件进行样品测定, 然后以连续测定空白对照溶液信号响应值的 10 倍标准偏差相对应的元素质量浓度值作为定量限, 另外以连续测定空白溶液信号响应值的 3 倍标准偏差相对应的元素质量浓度值作为检出限, 方程中 Y 代表含量(mg/kg), X 代表样品量(g), 结果见表 1。结果表明, 21 种元素在表 1 的线性范围内, 线性关系良好, 相关系数 r 均大于等于 0.9992, 定量限为 0.3483~9.9262 $\mu\text{g/L}$, 检出限为 0.1045~2.9779 $\mu\text{g/L}$ 。

2.4 精密度

使用移液枪量取 1.3.3 项下配制的质量浓度为 5 $\mu\text{g/L}$ 的混合标准品溶液, 然后连续进样测定 6 次, 最后计算出各元素 6 次测得的质量浓度的相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)。结果显示 21 种元素的 RSDs 分别在 0.34%~3.45% ($n=6$), 表明仪器精密度良好, 见表 1。

2.5 稳定性

使用移液枪精密吸取待测样品溶液, 分别于 0、2、4、8、12、24 h 时进样测定各元素相同的质量浓度 6 次, 并计算出 RSDs 值, 发现其均在 0.75%~2.78% ($n=6$) 之间, 表明待测样品溶液在室温下放置 24 h 内基本稳定, 稳定性很好。

表 1 标准曲线方程、线性范围、定量限与检出限
Table 1 Regression equations, linear ranges, quantitation limits and detection limits

元素	回归方程	相关系数(<i>r</i>)	线性范围/($\mu\text{g/L}$)	定量限/($\mu\text{g/L}$)	检出限/($\mu\text{g/L}$)	RSDs/%
K	$Y=365.6524X+7362.2133$	0.9994	0~500	0.3483	0.1045	2.73
Ca	$Y=141.7337X+310361.0197$	0.9995	0~500	8.5801	2.5740	1.23
Mg	$Y=539.3247X+1826.8076$	0.9992	0~500	2.2396	0.6719	0.34
Na	$Y=845.0712X+64299.4728$	0.9998	0~500	4.7877	1.4363	1.93
Fe	$Y=254.0646X+10868.1261$	0.9992	0~500	3.9363	1.1809	1.53
Sr	$Y=7757.8026X+450.0104$	0.9995	0~500	0.5790	0.1737	1.65
Mn	$Y=5949.0956X+273.3372$	0.9998	0~500	2.7035	0.8111	1.94
Al	$Y=138.2958X+592.1204$	0.9998	0~500	7.8300	2.3490	1.45
Cr	$Y=8541.4270X+312149.4924$	0.9995	0~500	1.1197	0.3359	1.36
B	$Y=69.9319X+186.6690$	0.9993	0~500	9.9262	2.9779	1.11
Ni	$Y=6146.3281X+410.0082$	0.9996	0~500	1.5364	0.4609	1.87
Ba	$Y=5501.5809X+756.6937$	0.9997	0~500	2.6604	0.7981	3.45
V	$Y=5883.4424X+199345.6801$	0.9998	0~500	0.7573	0.2272	1.31
Ti	$Y=247762.6411X+1296.7406$	0.9998	0~500	1.7908	0.5372	3.41
Zn	$Y=3228.0540X+5554.6080$	0.9994	0~500	2.9793	0.8938	1.42
Se	$Y=286.2212X$	0.9993	0~500	5.3598	1.6079	2.54
Co	$Y=39828.5308X+243.3369$	0.9998	0~500	2.2555	0.6767	2.66
Pb	$Y=171289.7556X+1043.3816$	0.9997	0~500	1.4527	0.4358	2.32
Cu	$Y=29195.0219X+673.3534$	0.9996	0~500	1.0217	0.3065	1.31
As	$Y=1340.3254X+30.0002$	0.9996	0~500	2.4044	0.7213	1.43
Cd	$Y=6995.0503X+30.0001$	0.9997	0~500	2.6707	0.8012	1.71

2.6 重复性

使用分析天平精密称取“驱毒茶”样品粉末(编号 X1)共 6 份并分别做好标记,按 1.3.1 项下方法制备供试品溶液,最后进样测定计算 6 份样品中 21 种元素的含量以及相应的质量浓度的 RSDs,发现其在 0.37%~3.16% ($n=6$)之间,表明本实验方法重复性好。

2.7 加样回收率

使用天平精密称取已知含量的“驱毒茶”样品粉末(编号 X1-6) 0.3 g,共 6 份,然后加入与样品中各元素质量相当的混合标准品溶液,再按 1.3.1 项下方法制备供试品溶液,同法制备试剂空白溶液,最后测定各元素含量,计算回收率。结果显示,平均加样回收率为 96.30%~101.13%,表明该测定方法准确度良好,符合元素测定要求。结果见表 2。

2.8 样品测定结果与分析

分别用天平称取 6 批次不同地区的“驱毒茶”样品细粉 0.3 g,按照 1.3.1 项下方法制备供试品溶液,分别测定 K 等 21 种微量元素的含量,结果见表 3。通过表 3 可以看出,“驱毒茶”6 批次样品中含有 21 种元素,含量有一定的波动,这可能与产地的生长环境相关。常量元素有 K、Ca、Mg、Na,以 K (17861.32 mg/kg)、Ca (7203.14 mg/kg)、Mg (4162.3 mg/kg)较为丰富。茶叶本就是公认的一款高钾饮品,一般的茶叶 Ca 含量为 1172.5~3012.5 mg/kg、Mg 含量为 754.7~1718.4 mg/kg、K 含量为 14000~20100 mg/kg^[19-20],因此,“驱毒茶”是一款不可多得的高钙高钾高镁的茶饮品。另外其还含有 7 种重要且含量较多的微量元素,Fe (129.395 mg/kg)、Sr (9.769 mg/kg)、Mn (20.282 mg/kg)、Zn (6.466 mg/kg)、Cr (11.385 mg/kg)、B (42.757 mg/kg)、Na (11.604 mg/kg)。

表2 加样回收率实验结果($n=6$)
Table 2 Experimental results of sample addition recovery ($n=6$)

元素	取样量/g	样品含量/ μg	加入量/ μg	测得量/ μg	平均加样回收率/%	RSDs/%
K	0.3	5358.246	5358.00	10712.723 \pm 9.651	98.23	0.80
Ca	0.3	2165.092	2165.00	4327.157 \pm 6.135	97.77	0.94
Mg	0.3	1249.289	1250.00	2498.966 \pm 3.196	98.07	1.29
Na	0.3	3.481	3.00	6.266 \pm 0.226	101.13	2.19
Fe	0.3	39.468	40.00	79.251 \pm 1.312	98.59	0.85
Sr	0.3	2.931	3.00	5.847 \pm 0.152	98.47	0.67
Mn	0.3	6.085	6.00	12.043 \pm 0.527	100.72	0.78
Zn	0.3	1.940	2.00	3.949 \pm 0.060	96.30	2.08
Cr	0.3	3.416	3.00	6.267 \pm 0.237	98.93	1.18
B	0.3	12.827	13.00	25.577 \pm 0.945	99.08	2.45
Ba	0.3	0.745	1.00	1.742 \pm 0.049	98.22	1.64
Cu	0.3	0.637	1.00	1.742 \pm 0.057	98.59	1.28
V	0.3	0.062	0.05	0.112 \pm 0.063	98.07	1.96
Ti	0.3	0.006	0.005	0.011 \pm 0.001	99.01	1.34
Al	0.3	0.486	0.5	0.986 \pm 0.225	97.64	1.98
Se	0.3	0.008	0.005	0.013 \pm 0.006	98.11	1.68
Co	0.3	0.007	0.005	0.012 \pm 0.005	97.15	2.01
Ni	0.3	0.058	0.05	0.108 \pm 0.071	99.35	1.07
Pb	0.3	0.012	0.01	0.022 \pm 0.004	100.04	0.68
Cd	0.3	0.011	0.01	0.021 \pm 0.002	99.16	1.38
As	0.3	0.003	0.005	0.008 \pm 0.001	99.89	0.87

表3 样品中微量元素的含量测定结果($n=6$, mg/kg)
Table 3 Results of determination of trace elements in samples ($n=6$, mg/kg)

待测元素	样品编号						平均值
	样1	样2	样3	样4	样5	样6	
K	17837.171	17881.47	17870.428	17840.97	17882.26	17855.62	17861.32 \pm 9.224
Ca	7204.327	7231.23	7196.229	7233.792	7138.096	7215.156	7203.14 \pm 5.4145
Mg	4168.585	4162.193	4158.646	4163.393	4159.181	4161.787	4162.3 \pm 3.399
Na	11.079	9.879	12.010	12.077	12.731	11.846	11.604 \pm 0.3835
Fe	130.147	121.017	139.391	124.009	123.993	137.811	129.395 \pm 3.832
Sr	9.877	9.556	9.576	9.372	10.079	10.153	9.769 \pm 0.138
Mn	20.335	20.108	20.505	20.244	20.586	19.915	20.282 \pm 0.21
Zn	6.218	6.792	6.771	6.745	5.914	6.356	6.466 \pm 0.069
Cr	11.154	10.903	12.437	11.944	10.410	11.459	11.385 \pm 0.1525
B	42.918	42.802	42.635	42.986	42.129	43.073	42.757 \pm 0.0775
Ba	2.195	2.505	2.063	2.898	2.954	2.281	2.483 \pm 0.043

表 3(续)

待测元素	样品编号						平均值
	样 1	样 2	样 3	样 4	样 5	样 6	
Cu	2.195	2.248	2.076	2.154	1.955	2.106	2.122±0.0445
V	0.231	0.205	0.187	0.196	0.218	0.201	0.206±0.015
Ti	0.011	0.007	0.031	0.025	0.016	0.023	0.019±0.006
Al	1.684	1.768	1.486	1.384	1.861	1.538	1.621±0.073
Se	0.014	0.008	0.039	0.024	0.054	0.019	0.026±0.0025
Co	0.016	0.004	0.047	0.014	0.022	0.034	0.023±0.009
Ni	0.181	0.216	0.253	0.143	0.155	0.207	0.193±0.013
Pb	0.033	0.067	0.018	0.029	0.057	0.034	0.040±0.0005
Cd	0.021	0.019	0.027	0.061	0.048	0.035	0.035±0.007
As	0.009	0.003	0.017	0.011	0.001	0.012	0.009±0.0015

3 讨 论

在使用 ICP-MS 进行微量元素测定时容易受到多种杂质和原子的干扰,因此需要对样品进行相应的预处理。本研究通过优化前处理,相比于 GB 5009.268—2016《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》,有效地降低了溶液爆沸风险,也提高了酸的利用率,同时还使得样品达到了完全消解的目的,减少了杂质等对实验的影响。采用 ICP-MS 几乎克服了传统分析方法的大多数缺点,不仅操作简便、测定范围广,还可分析多个元素,速度快、灵敏度高、准确性好,目前已在食品、药品、保健食品、化妆品及其相关产品的金属元素限量控制、元素分析及质量标准的制定等多方面进行广泛应用^[21-26]。将 ICP-MS 用在“驱毒茶”中元素含量的探索研究尚属首次,本次测定出涉及人体必需的 K、Ca、Mg 等常量元素,也有 Fe、Sr、Mn 等微量元素,共 21 种元素,我们可通过元素含量反向论证该茶饮品的药性、药效及安全性,可谓一法多用。由此可见,我们可以将此次研究的经验进一步推广到其他类似研究上,以此来充分发挥出 ICP-MS 的优势。

4 结 论

本研究建立了电感耦合等离子体质谱法同时测定“驱毒茶”中 21 种无机元素含量的分析方法。样品采用优化的前处理条件进行预处理,然后采用 ICP-MS 进行测定。结果显示,被测的 21 种元素的线性关系良好,其线性范围均为 0~500 $\mu\text{g/L}$ (r 均大于等于 0.9992),定量限为 0.3483~9.9262 $\mu\text{g/L}$,检出限为 0.1045~2.9779 $\mu\text{g/L}$ 。精密度、稳定性、重复性实验的 RSDs $\leq 3.45\%$,加样回收率为 96.30%~101.13% (RSDs 为 0.67%~2.45%, $n=6$),各项指标均满足要求。通过方法学考察结果显示,电感耦合等离子

体质谱法操作与常规的原子荧光光谱法和原子吸收光谱法相比,更加简单方便,而且效率较高,分析速度相对更快,灵敏度更高,同时测定结果的精密性及准确性也更好,适合于“驱毒茶”类代用茶中元素的测定。通过测定结果显示,“驱毒茶”中 K、Ca、Mg 这些常量元素含量较高,Fe、Sr、Mn 等微量元素种类也很丰富,适合人们饮用。同时也可以为“驱毒茶”中成分物质的研究提供依据,为人们合理饮用“驱毒茶”提供参考。另外,“驱毒茶”在疾病治疗和预防中也发挥着重要的作用,以后有必要进行进一步的探索和研究。

参考文献

- [1] 吴征镒,陈介. 云南植物志(第六卷)[M]. 北京: 科学出版社, 1995.
WU ZY, CHEN J. Yunnan flora (Volume VI) [M]. Beijing: Science Press, 1995.
- [2] 梁威,凌博,陈柏冰,等. 民族民间药四数九里香研究进展[J]. 中国热带农业, 2015, 66(5): 69-71.
LIANG W, LING B, CHEN BB, et al. Research progress of the national folk medicine Si Shu Jiu Li Xiang [J]. Chin Trop Agric, 2015, 66(5): 69-71.
- [3] 黄蓓,毛长智,庾志斌,等. 四数九里香水提物抗炎及镇痛作用研究[J]. 中国民族民间医药, 2017, 26(5): 52-54.
HUANG B, MAO CZ, YU ZB, et al. Anti inflammatory and analgesic effects of perfume extracts from four hundred nine miles [J]. Chin J Ethnomed Ethnopharm, 2017, 26(5): 52-54.
- [4] MEHRI A. Traceelements in humannutrition (ii)-Anupdate [J]. Int J Prev Med, 2020, 11(1): 2.
- [5] MICHALINA B, ALEKSANDRA Z. The biomedical role of zinc in the functioning of the human organism [J]. Polish J Public Health, 2019, 124(3): 160-163.
- [6] 李牧. 微量元素锶对心血管疾病预防作用研究[D]. 北京: 中国人民解放军医学院, 2012.
LI M. The effect of trace element strontium prevention on cardiovascular diseases [D]. Beijing: Chinese People's Liberation Army Medical College,

- 2012.
- [7] 马彦平, 石磊, 何源. 微量元素铁、锰、硼、锌、铜、钼营养与人体健康[J]. 肥料与健康, 2020, 47(5): 12-17.
MA YP, SHI L, HE Y. Trace elements iron, manganese, boron, zinc, copper, molybdenum nutrition and human [J]. J Fertilizer Health, 2020, 47(5): 12-17.
- [8] 胡明月. 微量营养素在预防自由基损失中的作用[C]. 中国营养学会. 中国营养学会第十三次微量元素营养学术会议论文集, 2016.
HU MY. The role of micronutrients in preventing free radical loss [C]. Chinese Nutrition Society. Proceedings of the 13th Academic Conference of Chinese Nutrition Society on Trace Element Nutrition, 2016.
- [9] 韩付涛, 吴启勋. 8 种心血管类中药微量元素的对应分析[J]. 微量元素与健康研究, 2011, 28(5): 21-23.
HAN FT, WU QX. The correspondence analysis on eight kinds of trace elements of Chinese medicine in cardiovascular [J]. Stud J Trace Elem Health, 2011, 28(5): 21-23.
- [10] 杨朝菊, 董春霞, 王树松. 微量元素铬与代谢综合征相关疾病的研究进展[J]. 疑难病杂志, 2015, 14(1): 93-96.
YANG CJ, DONG CX, WANG SS. Advance in relationship between chromium and metabolic syndrome disease [J]. Chin J Diffic Compl Cases, 2015, 14(1): 93-96.
- [11] 刘先华, 周安. 微量元素分析技术在中医药研究中应用概况[J]. 安徽中医药大学学报, 2019, 38(4): 90-92.
LIU XH, ZHOU AN. Application of analytical technique of metal elements to TCM research [J]. J Anhui Univ Chin Med, 2019, 38(4): 90-92.
- [12] 隆卫革, 黎素平, 安家成, 等. 森林蔬菜赤苍藤营养分析与评价[J]. 食品研究与开发, 2017, 38(24): 124-127.
LONG WG, LI SP, AN JC, et al. Analysis and evaluation of nutritional components in *Erythralum scandens* Bl. [J]. Food Res Dev, 2017, 38(24): 124-127.
- [13] 陈俊. 同产地当归药材中 16 种无机元素的含量分析[J]. 内蒙古中医药, 2014, 33(17): 79.
CHEN J. Content analysis of 16 inorganic elements in *Angelica sinensis* from the same origin [J]. Inn Mongol J Tradit Chin Med, 2014, 33(17): 79.
- [14] 张赞, 张慧, 朱斌. ICP-MS 法同时测定广西白背叶药材中 30 种微量元素的含量[J]. 中国药房, 2017, 28(33): 4718-4721.
ZHANG Z, ZHANG H, ZHU B. Content determination of 30 kinds of microelements in *Mallotus apelta* from Guangxi by ICP-MS [J]. Chin Pharm, 2017, 28(33): 4718-4721.
- [15] 郑炳真, 刘金平, 祁增, 等. ICP-MS 测定乌苏里瓦韦中人体必需微量元素的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2017, 23(9): 57-61.
ZHENG BZ, LIU JP, QI Z, et al. Determination of trace elements in *Lepisorus ussuriensis* essential to human by ICP-MS [J]. Chin J Exp Tradit Med Form, 2017, 23(9): 57-61.
- [16] 吴文辉, 冯健, 潘新, 等. ICP-MS 半定量分析箭叶淫羊藿中重金属元素种类[J]. 中国实验方剂学杂志, 2015, 21(8): 56-60.
WU WH, FENG J, PAN X, et al. heavy metal elements in epimedium sagittatum species in semi quantitative analysis of ICP-MS [J]. Chin J Exp Tradit Med Form, 2015, 21(8): 56-60.
- [17] 杨娜, 周柏松, 王亚茹, 等. ICP-MS 法测定白术 48 种微量元素的含量[J]. 特产研究, 2018, 40(3): 38-44, 74.
YANG N, ZHOU BS, WANG YR, et al. Determination of 48 kinds of trace elements in *Atractylodes macrocephala* Koidz. by ICP-MS [J]. Spec Wild Econ Anim Plant Res, 2018, 40(3): 38-44, 74.
- [18] 赵一懿, 郭洪祝, 傅欣彤, 等. 基于 ICP-MS 法分析银杏叶系列品种中 25 种无机元素[J]. 中草药, 2017, 48(10): 1991-1997.
ZHAO YY, GUO HZ, FU XT, et al. Analysis of 25 inorganic elements in *Ginkgo folium* preparations by ICP-MS [J]. Chin Tradit Herb Drug, 2017, 48(10): 1991-1997.
- [19] 周娜, 白艳艳, 王文伟, 等. 福建省地产茶叶中微量元素含量的分析[J]. 实用预防医学, 2014, 21(9): 1025-1027.
ZHOU N, BAI YY, WANG WW, et al. Analysis of trace element contents in teas from Fujian province [J]. Pract Prev Med, 2014, 21(9): 1025-1027.
- [20] 苏冰霞, 郑亚军, 吴学进, 等. 不同产地茶叶矿物质元素含量的调查[J]. 微量元素与健康研究, 2012, 29(1): 29-32.
SU BX, ZHENG YJ, WU XJ, et al. Investigation on the content of mineral elements in tea from different producing areas [J]. Stud Trace Elem Health, 2012, 29(1): 29-32.
- [21] HANSEN MN, CLOGSTON JD. Elemental analysis in biological matrices using ICP-MS [J]. Methods Mol Biol, 2018, 1682: 37-47.
- [22] DAN Y, MA X, ZHANG W, et al. Single particle ICP-MS method development for the determination of plant uptake and accumulation of CeO₂ nanoparticles [J]. Anal Bioanal Chem, 2016, 408(19): 5157-5167.
- [23] 陈慧, 王雪婷, 夏梦, 等. ICP-MS 法同时测定进口饮料中 21 种无机元素[J]. 食品研究与开发, 2017, 38(6): 121-126.
CHEN H, WANG XT, XIA M, et al. Simultaneous determination of 21 inorganic elements in imported drinks by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Food Res Dev, 2017, 38(6): 121-126.
- [24] THABIT TMAM, ABDELSALAM SS, ELGEDDAWY DIH, et al. Determination of heavy metals in wheat and barley grains using ICP-MS/MS [J]. J AOAC Int, 2020, (5): 5.
- [25] 高连丛, 李淑芳, 马莹慧, 等. ICP-MS 法同时测定益中生血片中 12 种微量元素的含量[J]. 中国药房, 2018, 29(22): 3088-3092.
GAO LC, LI SF, MA YH, et al. Simultaneous determination of 12 kinds of microelements in Yizhong Shengxue tablets by ICP-MS [J]. Chin Pharm, 2018, 29(22): 3088-3092.
- [26] TOKALIOGLU S, CICEK B, INANC N, et al. Multivariate statistical analysis of data and ICP-MS determination of heavy metals in different brands of spices consumed in Kayseri, Turkey [J]. Food Anal Methods, 2018, 11: 2407-2418.

(责任编辑: 张晓寒 于梦娇)

作者简介



朱峻逸, 工程师, 主要研究方向为食品药品检验检测。
E-mail: 252479511@qq.com