

# ICP-MS 法测定螺旋藻和茶多酚中微量元素\*

张萌 胡文祥

(首都师范大学物理有机与药物化学研究所 北京 100037)

**摘要** 准确测定螺旋藻、茶多酚 9 种人体必需微量元素的含量。采用电感耦合等离子体-质谱法(ICP-MS)进行测定。结果证明该法灵敏度高,结果准确,检出限低,具有良好的精密度和准确度,是测定螺旋藻、茶多酚中微量元素的有效方法。

**关键词** 电感耦合等离子体-质谱法 螺旋藻 茶多酚 微量元素

螺旋藻被誉为“微型绿色功能性营养宝库”,除含有丰富的蛋白质、氨基酸、多糖外,还含有维生素及多种微量元素,并且具有增进免疫、调整代谢机能、抗癌防癌、抗辐射等多方面作用,是保健食品和药品的天然资源。近年来的研究还表明螺旋藻在清除环境污染和生物能源的开发等方面也具有重要的作用<sup>[1]</sup>。茶多酚是茶叶中多酚类物质的总称,具有延缓衰老、抑制动脉粥样硬化、防癌抗癌、预防和治疗辐射损伤、抗过敏、抗菌、降血糖等药理作用<sup>[2]</sup>。

电感耦合等离子体-质谱(ICP-MS)是近年来发展起来的一种强大的元素分析技术。与传统的测量微量元素的原子吸收光谱技术(AAS)、电感耦合等离子体原子发射光谱技术(ICP-AES)相比,ICP-MS 克服 AAS 分析速度慢、不能进行多元素同时测定的缺点,也解决 ICP-AES 灵敏度弱的问题。目前,ICP-MS 技术的分析能力,几乎可取代传统的元素分析技术,已被广泛地应用于环境、地质、材料、化工、医药、食品安全等领域<sup>[3]</sup>。本文采用 ICP-MS 对螺旋藻、茶多酚中的钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼 9 种微量元素进行测定。

## 1 仪器与试剂

### 1.1 仪器

Agilent 7500c 电感耦合等离子体质谱仪。(Agilent Technologies Co.Ltd, USA); Milli-Q 超纯水系统(Millipore, Bedford MA); DB-3B 型不锈钢电热板(江苏荣华仪器公司)。

### 1.2 标准物及试剂

标准贮备液:10 $\mu$ g/mL 环境混合标准溶液(Agilent),标准溶液系列由标准贮备液逐级稀释配得,介质为 5% 硝酸;工作内标溶液:1000ng/mL 铈和铟标准溶液(中国钢铁研究总院);调谐溶液:

10ng/mL 锂、钴、钇、铈、铊混合标准溶液(Agilent);灌木枝叶 GBW07603(国家一级标准物质,中国计量科学研究院标准物质研究中心);硝酸(优级纯,Merck);双氧水(MOS 级)。

## 2 实验方法与结果

### 2.1 同位素选择

在优化实验条件下,对样品消解液进行分析测试,选择待测元素的同位素。钒:51;铬:52;锰:55;铁:57;钴:59;镍:60;铜:63;锌:66;钼:95。

### 2.2 工作条件

功率:1350W;冷却气流量:15.0L/min;辅助气流量:1.0L/min;载气流量:1.12L/min;样品提升速率:1.0mL/min;采样深度:7mm;采样锥孔径:7mm;截取锥孔径:0.4mm;分析模式:全定量分析;积分时间:0.3s/同位素;氧化物:<0.5%;双电荷:<2%。

### 2.3 样品处理

精密称取样品 1.0000g 于 250mL 锥形瓶中,加入 15mL 硝酸,放置过夜。次日加入 3mL 双氧水,于 150 $^{\circ}$ C 电热板上加热,近干,用二次水冲洗锥形瓶内壁,再稍加热,赶尽余酸,稍冷却,稀释定容至 100mL,待测。

### 2.4 标准工作曲线

分别用 5% 硝酸介质将混合标准贮备液逐级稀释为 0.5ng/mL、2ng/mL、10ng/mL、50ng/mL、200ng/mL 得到标准溶液系列,以 5% 硝酸作为空白。在优化的实验条件下,采集空白及标准溶液系列,仪器自动绘制标准曲线。所有元素标准曲线的线性相关系数  $r > 0.9999$ 。

### 2.5 方法的检出限及精密度

在优化的实验条件下,对样品的消解试剂空白

\* 基金项目:北京市政府专项基金资助项目(009-0653071)

测定 6 次, 得到方法对样品中各元素的检出限。对 3 批样品中各元素测定 7 次, 得到方法对样品中各

元素的精密度 (见表 1)。

表 1 方法的检出限及精密度

元素	钒	铬	锰	铁	钴	镍	铜	锌	钼
检出限 ( $\mu\text{g/g}$ )	0.027	0.060	0.014	0.255	0.029	0.034	0.078	0.108	0.015
螺旋藻 RSD(%)	3.94	3.92	0.60	0.82	0.66	2.77	0.82	4.01	0.92
茶多酚 RSD(%)	2.34	0.23	0.47	3.46	0.14	2.95	2.20	2.98	2.86

## 2.6 方法的准确度

用本法对国家标准物质灌木枝叶 GBW07603 中上述 9 种微量元素含量进行测定, 除钼外测定值均在标准规定范围内, 证明本法准确可靠 (见表 2)。

表 2 标准物质的标准值与测定值

元素	灌木枝叶		
	标准值 ( $\mu\text{g/g}$ )	测定值 ( $\mu\text{g/g}$ )	RSD%
钒	$2.4 \pm 0.4$	2.0	1.94
铬	$2.6 \pm 0.2$	1.8	0.60
锰	$61 \pm 5$	62.77	0.24
铁	$1070 \pm 57$	1078.2	2.02
钴	$0.41 \pm 0.05$	0.43	0.36
镍	$1.7 \pm 0.3$	1.55	0.91
铜	$6.6 \pm 0.8$	6.62	0.19
锌	$55 \pm 4$	59	1.74
钼	$0.28 \pm 0.05$	0.31	3.02

## 2.7 样品测定

按照上述方法测定 3 批样品中的微量元素 (见表 3)。

## 3 讨论

由表 3 结果可知, 螺旋藻中富含多种微量元素,

表 3 3 批样品中的微量元素 ( $\mu\text{g/g}$ )

样品及 RSD	钒	铬	锰	铁	钴	镍	铜	锌	钼
螺旋藻	0.2250	2.980	29.32	167.2	0.1480	0.9133	4.305	23.91	1.573
茶多酚	0.0416	1.443	8.407	19.30	0.02478	0.9388	6.085	6.579	0.8827

其中钒、铬、锰、铁、钴、镍、锌含量尤其丰富。实验表明, 钒、锰、铁、钴、镍、铜参与或刺激促进造血功能; 铁、铜、锌参与机体免疫功能的增强和调节; 锰、钼有抗癌、抗衰老作用; 钒能促进机体的生长发育。钒、铬、镍与糖尿病有着密切的关系<sup>[4]</sup>。因此用螺旋藻调节体内微量元素的平衡, 简便有效, 具有很高的营养、保健及医药价值。

测定微量元素常用的仪器有 AAS 和 ICP-AES。本文利用 ICP-MS 测定螺旋藻、茶多酚中的微量元素, 虽然仪器昂贵, 但却有着动态线性范围宽、分析速度快、可同时测定多种元素并能提供同位素信息等其它仪器不具备的优点, 是测定微量元素的一种有效的方法。

## 参考文献

- 1 李全顺, 贾庆舒. 螺旋藻的生物特性及其应用价值, 沈阳教育学院学报, 2006, 8(2): 122~125
- 2 蒋勤. 茶多酚的药理作用 [J], 中国药师, 2006, 9(1): 63~64
- 3 王小如. 电感耦合等离子体质谱应用实例, 北京: 化学工业出版社, 2005
- 4 苗健, 高琦, 许思来. 微量元素与相关疾病, 河南: 河南医科大学出版社, 1999

## Determination of trace elements in spirulina and tea polyphenols by ICP-MS

Zhang Meng Hu Wenxiang

(Institute of Physical Organic and Medicinal Chemistry, Capital Normal University, Beijing, 100037)

**Abstract** To determine the content of trace elements in Spirulina and Tea Polyphenols. ICP-MS was applied to analyze trace elements. The method has highly sensitivity accuracy and low LOD. ICP-MS is a effective method to determine trace elements in Spirulina and Tea Polyphenols.

**Key words** ICP-MS Spirulina Tea polyphenols Trace elements