

茶葉粉末樣本之元素分析方法初探

文圖/茶作課 劉天麟
(電話：03-4822059轉806)

前言

本場目前常用之元素分析儀器包括原子吸收光譜儀 (atomic absorption spectrometer, AAS)、感應耦合電漿原子發射光譜儀 (inductively coupled plasma-optical emission spectrometry, ICP-OES) 及感應耦合電漿質譜儀 (inductively coupled plasma-mass spectrometry, ICP-MS)。AAS每次僅能分析單一元素，而ICP-OES及ICP-MS可同時分析多種元素，因此ICP-OES及ICP-MS已成為元素分析之主要儀器。以上分析儀器所能接受之樣本必須為液體，因此樣本均需以強酸消化或溶解之後才能進行分析。

除了以上之分析儀器外，本場購置之全反射式X光螢光光譜儀 (total-reflection x-ray fluorescence spectrometer, TXRF) 也是元素分析之另一種儀器。有別於AAS、ICP-OES、ICP-MS等以火焰或電漿為原子激發之能量來源，TXRF以X光為原子激發之能量來源，並且分析樣本不侷限於液體，固體粉末亦可分析，其使用上更為便利，因此本文將針對TXRF應用於茶葉粉末樣本之元素分析技術進行介紹。

全反射式X光螢光光譜儀 (TXRF) 之特性介紹

本場購置之全反射式X光螢光光譜儀 (TXRF) 為德國Bruker公司製造之S2 PICOFOX (圖一)，其元素分析之原理為應用Mo靶X光照射樣品，樣品中元素被激發後，自激發狀態回到基態時，多餘之能量以螢光方式放出，由偵測器接收之能量與強度，可推算出樣品中所受激發之元素種類及含量，儀器特性資料如下表。

組件	特性
X光產生控制單元	高壓產生器 50kV，50 W。
X光管	氣冷式微焦距Mo靶X光管，37 W連續功率。
光學系統	曲面多層膜單光器。
偵測器	矽半導體漂移式偵測器 (Silicon Drift Detector)，能量解析度小於150 eV (錳的K α)。
樣品載片	石英玻璃樣品載片，直徑30 mm。

相較於X光螢光光譜儀 (X-Ray Fluorescence, XRF)，TXRF設計方式為X光照射樣品之入射角度大於臨界角，因此X光多被樣品表面全反射，垂直於X光之訊號偵測器可得到最



圖一、全反射式X光螢光光譜儀 (total-reflection x-ray fluorescence spectrometer, TXRF)

佳之偵測效果，且可降低基質干擾問題。TXRF定量分析方式為內標準法，方法為在樣品中添加1種其中沒有之元素當成內標準品，通常添加鎩 (Ga)、鍺 (Ge) 或釔 (Y) 等元素。

茶葉樣品分析

分析之樣本茶葉 (Tea Leaves, IC-INCT-TL-1) 為購於RTC公司之驗證參考物質 (certified reference material, CRM)，並以下列方法進行各種元素分析：(1)消化液之分析：精秤0.20克 (精確至0.001克) 茶葉粉末，加入6 mL 純度為試藥級以上之濃硝酸，以微波輔助酸消化法分解，經定量後分別以ICP-OES或ICP-MS及TXRF分析各種元素之濃度；(2)粉末樣本直接以TXRF分析：精秤0.30克 (精確至0.001克) 茶葉粉末，加入2.5 mL 試劑水 (比電阻18.2 M Ω)，加入1000 mg L⁻¹之Ge 10 μ L為內標準品，震盪混合均勻成懸浮溶液後，吸取100 μ L 懸浮溶液滴於石英載片，再以加熱板烤乾完成樣品製備後，以TXRF分析各種元素之濃度，樣品分析之積分時間設定為600秒。

結果與討論

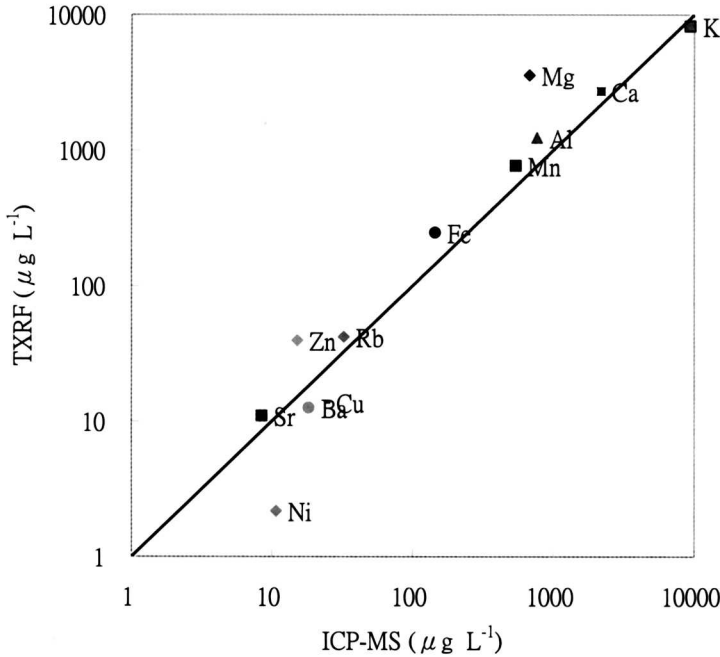
消化液之分析：液體樣本分別以ICP-OES及ICP-MS分析後，並與TXRF分析之結果比較如圖二，除了Mg與Ni之外，多數元素濃度值落在1：1之對角線附近，顯示兩者分析結果相近；Mg差異較大可能是因為質量數較小，TXRF分析時容易與質量數相近元素波形重疊而造成分析結果誤差較大。Ni差異較大可能是ICP-MS之進樣錐 (sampling cone) 及消滅錐 (skimmer cone) 為Ni製，可能造成Ni濃度高估。就液體樣本而言，TXRF之定量分析能力可達 μ g L⁻¹等級。

粉末樣本直接以TXRF分析：TXRF分析茶葉粉末樣品可定量之元素包含有K、Ca、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、Rb、Sr等，濃度分別為12626、4041、1566、5.3、19.1、34.5、90.1、21.6 mg kg⁻¹，其餘濃度較低之元素，因固體樣本基質效應之影響而無法分析。TXRF分析結果與CRM之報告值進行比較如圖三，元素濃度值落在1：1之對角線附近，

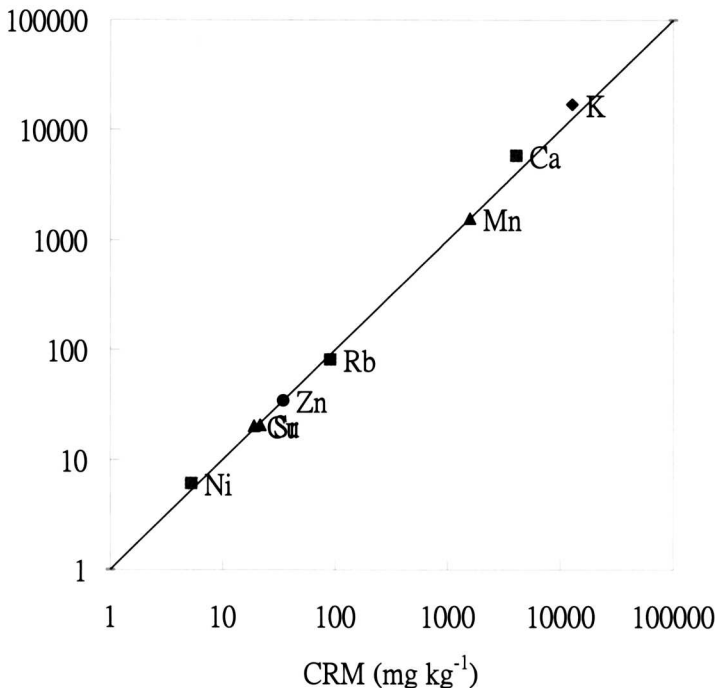


顯示兩者分析結果相近，因此粉末樣本TXRF之定量分析能力約為 mg kg^{-1} 等級。

綜合以上結果，TXRF分析固體粉末樣品，因基質效應使得定量分析能力約為 mg kg^{-1} 等級，且以原子序19 (K) 之後之元素分析結果較理想，然而此分析方式不需要消化分解樣本，因此在固體樣品特定元素之定量提供了一個快速簡便的途徑。然而，此次分析是以CRM茶葉樣本進行分析，未來在實際樣本分析時，樣本需粉碎至多少粒徑才適合以TXRF進行分析，仍須要進一步之探討。



圖二、消化液以ICP-MS與TXRF分析之結果比較



圖三、茶葉粉末樣本之CRM報告值與直接以TXRF分析結果比較