

茶葉中多重元素檢驗方法

Method of Test for Multielement in Tea

1. 適用範圍：本方法適用於以青心烏龍、臺茶12號及四季春為主等小葉種品種製成半球形或球形之烏龍茶中鋰(Li)、鈮(V)、鉻(Cr)、鎳(Ni)、銅(Cu)、鋅(Zn)、銣(Rb)、銦(Sr)、鎘(Cd)、銫(Cs)、鋇(Ba)、釷(La)、鈾(Ce)及鉛(Pb)等元素之檢驗，運用於茶葉為臺灣茶或境外茶之研判。
2. 檢驗方法：檢體經微波輔助酸消化後，以感應耦合電漿質譜儀(inductively coupled plasma mass spectrometer, ICP-MS)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 感應耦合電漿質譜儀。
 - 2.1.2. 球磨機：附氧化鋯球磨罐(25 mL)及氧化鋯珠(直徑20 mm)。
 - 2.1.3. 微波消化裝置(Microwave digester)：具1000 W以上輸出功率，並具有溫度或壓力回饋控制系統。
 - 2.1.4. 酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。
 - 2.1.5. 烘箱。
 - 2.2. 試藥：硝酸採用超純級(67-70%)；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；鋰(lithium)等14項元素標準品濃度皆為10 µg/mL，均採用ICP-MS分析級。
 - 2.3. 器具及材料
 - 2.3.1. 微波消化瓶^(註)：鐵氟龍材質。
 - 2.3.2. 容量瓶^(註)：50 mL，玻璃材質。
 - 2.3.3. 儲存瓶：50 mL，PP材質。
 - 2.3.4. 濾膜：孔徑0.45 µm，PVDF材質。
 - 2.3.5. 稱量瓶：附蓋，玻璃材質。
 - 2.3.6. 乾燥器：內附乾燥劑。
 - 2.3.7. 塑膠方盤：17.5 cm × 24 cm。

註：器具經洗淨後，使用酸蒸氣清洗裝置，以15%硝酸溶液(以超純級65%硝酸配製)蒸氣酸洗4小時後，取出，以去離子水將附著之硝酸沖洗乾淨，乾燥備用。
 - 2.4. 1% (w/w)硝酸溶液之調製：

取硝酸10 mL，緩緩加入去離子水500 mL中，再加入去離子水使成1000 mL。
 - 2.5. 標準溶液之配製：

精確量取鋰等14項標準品各1 mL，分別以1% (w/w)硝酸溶液定容至50 mL，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時取適量各標準原液混合，以1% (w/w)硝酸溶液配製成銫及釷均為0.01~5 ng/mL，鋰及鎘均為0.05~1 ng/mL，鈮、鈾及鉛均為0.05~5

ng/mL，鉻、鎳及鋇均為0.1~10 ng/mL，鋇為0.2~10 ng/mL，鈷為0.4~10 ng/mL，銅及鋅均為0.6~10 ng/mL，移入儲存瓶中，供作標準溶液。另以1% (w/w)硝酸溶液作為空白溶液。

2.6. 標準曲線之製作：

將空白溶液及標準溶液以適當速率注入感應耦合電漿質譜儀中，依下列測定條件進行分析，就各元素之訊號強度，與其對應之各元素濃度，分別製作鋰及鎘均為0~1 ng/mL，釩、鉍、釷、鈾及鉛均為0~5 ng/mL，鉻、鎳、銅、鋅、鈷、鋇及鋇均為0~10 ng/mL之標準曲線。

感應耦合電漿質譜儀測定條件^(註)：

電漿無線電頻功率：1550W。

電漿氫氣流速：15 L/min。

輔助氫氣流速：0.9 L/min。

霧化氫氣流速：1.0 L/min。

碰撞氣體(氬氣)流速：4.3 mL/min。

偵測離子(m/z)：

分析元素	
鋰(Li)	7
釩(V)	51
鉻(Cr)	53
鎳(Ni)	60
銅(Cu)	63
鋅(Zn)	66
鈷(Rb)	85
鋇(Sr)	88
鎘(Cd)	111
鉍(Cs)	133
鋇(Ba)	137
釷(La)	139
鈾(Ce)	140
鉛(Pb)	208

註：上述測定條件分析不適時，依所使用之儀器設定適合之測定條件。

2.7. 檢液之調製：

將半球形或球形烏龍茶混勻，平鋪於塑膠方盤中，以四分法^(註1)取約6 g，以球磨機磨碎成茶粉。將茶粉置於稱量瓶中，放入烘箱，以85°C烘乾15-25小時，移入乾燥器內，冷卻至室溫。取乾燥後之茶粉約0.2 g，精確稱定，置於微波消化瓶中，加入硝酸6 mL，靜置4小時，依下列條件進行消化。放冷後移入容量瓶中，

以去離子水每次5 mL洗滌微波消化瓶，洗液併入容量瓶中，以去離子水定容至50 mL，經濾膜過濾，供作檢液。另取一空白微波消化瓶，加入硝酸6 mL，以下步驟同檢液之操作，供作空白檢液。

微波消化操作條件^(註2)：

條件 步驟	輸出功率 (W)	升溫時間 (min)	持續時間 (min)	溫度控制 (°C)
1	1700	10.5	5	170
2	1700	5	20	180

註：1. 茶樣混合均勻平鋪於塑膠方盤中，將樣品分為四等分，留取對角的兩份，混合後再分為四等分，重複上述步驟直至所需重量為止。

2. 上述消化條件不適時，可依所使用之裝置，設定適合之消化條件。

2.8. 含量測定：

將檢液、空白檢液及標準溶液以適當速率分別注入感應耦合電漿質譜儀中，依2.6節條件進行分析。就檢液、空白檢液及標準溶液中各元素之訊號強度，依下列計算式求出檢體中各元素之含量(mg/kg)：

$$\text{檢體中各元素之含量(mg/kg)} = \frac{(C - C_0) \times V \times f}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中各元素之濃度(ng/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中各元素之濃度(ng/mL)

V：檢體最後定容體積(mL)

f：上機測試時之稀釋倍數

M：乾燥後之茶粉取樣分析重量(g)

2.9. 檢體鑑別：

依據2.8節之檢體中各元素分析結果，代入行政院農業委員會茶業改良場已建置之茶葉多重元素資料庫^(註1)，利用統計模式^(註2)鑑別檢體為臺灣茶或境外茶。

註：1. 已建置700筆以上茶樣之多重元素資料庫。

2. 以電腦程式語言R所建構之判別程式碼，包括兩種傳統統計分類方法：LDA(Linear Discriminant Analysis)、Ridge Regression及三種機器學習分類方法：Random Forest、Boosting、SVM(Support Vector Machine)等5種統計分類模式，相關參數之設定皆透過k-折交叉驗證法(k-folds

cross-validation) 求得最佳解，最後經準確率(accuracy rate)、召回率(recall; true-positive rate)及精確值(precision; positive predicted value) 3種指標綜合進行茶葉產地二分法之判別評估及建議，將結果分為「臺灣Taiwan」茶及「境外Non-Taiwan」茶。

- 附註：1. 本檢驗方法可提供做為茶葉是否為臺灣茶或境外茶之參考，惟茶葉可能受氣候環境、產地、品種及栽培管理等因素影響，其結果仍需併同調查所見綜合研判。
2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行檢討。
3. 以其他儀器檢測時，應經適當之驗證參考物質(certified reference material, CRM)或標準參考物質(standard reference material, SRM)之驗證，或方法確效。

參考文獻：

1. 劉天麟、邱垂豐、林金池、陳國任、黃正宗、林儒宏、蕭建興、戴佳如、林秀榮。2015。茶葉原產地鑑別。臺灣國際茶文化創意科技論壇。97頁。行政院農業委員會茶業改良場。
2. Moreda-Piñeiro, A., Fisher, A. and Hill, S. J. 2003. The classification of tea according to region of origin using pattern recognition techniques and trace metal data. J. Food Compos. Anal. 16: 195-211.
3. Pilgrim, T. S., Watling, R. J. and Grice, K. 2010. Application of trace element and stable isotope signatures to determine the provenance of tea (*Camellia sinensis*) samples. Food Chem. 118: 921-926.