

ICPE-9820 测定血清、血浆中多元素

ICP-122

摘要：本文采用 ICPE-9820 测定了德国 ClinChek 血清、血浆冻干粉标准样品中多元素。实验结果表明，该方法标准样品测定与标准值吻合，3 次进样 RSD 值 <3%，可满足血清、血浆等生物样品的快速检测。

关键词：生物样品 ICP-AES

元素是维持人体正常代谢和生命活动的重要物质，在体内成为某些酶、激素等的组成部分也是反映人体营养状况的重要指标，元素的缺失和富集可以引起多种疾病。对血清，全血等生物样品中元素的分析可以提供有关毒理、工作场地的职业影响以及营养状况等信息，更是一些疾病早期诊断的重要指标。因此如何快速、准确、

简便地检测人体内多种痕量元素的含量是亟待解决的问题。

本文采用岛津全新全谱型电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820，测定了德国 ClinChek 冻干粉系列生物标准样品（血清、血浆）中多元素。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9820 全谱型电感耦合等离子体发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO₃、HCl 试剂优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

依照德国 ClinChek 生物标准样品处理方法，于标准物质原包装容器中精确加入 3.0 mL 超纯水，密封，充分涡旋后混匀后，置于摇床震荡 2 h。高速离心。取上清液，用超纯水稀释 5 倍，待测。并加入 0.1 mg/L Y 元素，及 1.0 mg/L Ge 元素作为内标。

标准曲线配制方法：按照表 2，配制各元素标准溶液，用 10% 硝酸定容。

1.4 仪器参数

仪器工作条件如表 1 所示。

对于含量较高的元素，如 Cu, Mg，适合采用径向观测，可在较大线性范围内准确定量分析。并且对于血清等基质较复杂的生物类样品，径向观测可减少基质干扰；对于微量的元素，如 V, Mn 等，适合采用轴向观测，可提高检测灵敏度。利用 ICPE-9820 的轴向、径向观测自动切换功能，可同时得到轴向、径向测定数据，数据如图 7~ 图 10。仪器工作条件如表 1 所示。

表1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	炬管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向径向	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2



图1 ICPE-9820

结果讨论

2.1 标准曲线配制

按照 1.3 所述方法，配制标准溶液，详细浓度如表 2。

表2 各元素标准曲线浓度

元素	标准曲线浓度 (mg/L)						
	Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Au	0	0.02	0.05	0.2	0.8	2	-
Ba	0	0.02	0.05	0.2	-	-	-
Cu	0	0.02	0.05	0.2	0.8	-	-
Fe	0	0.02	0.05	0.2	0.8	-	-
Mg	0	0.02	0.05	0.2	0.8	2	10
Mn	0	0.02	0.05	-	-	-	-
V	0	0.02	0.05	-	-	-	-
Zn	0	0.02	0.05	0.2	0.8	-	-

2.2 元素的标准曲线

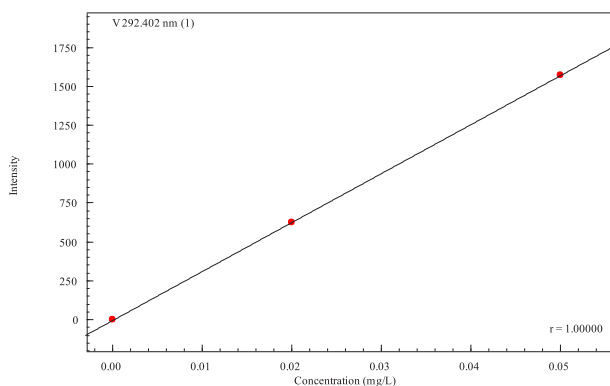


图2 V标准曲线

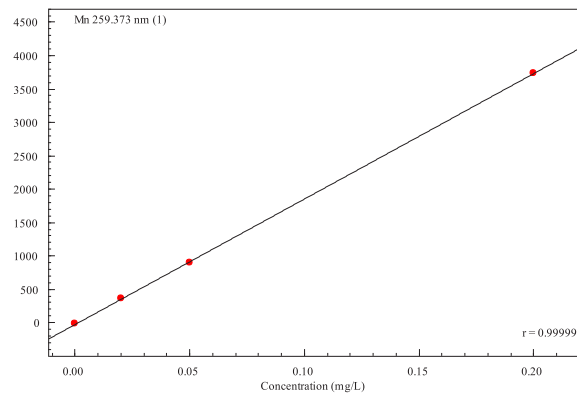


图3 Ni标准曲线

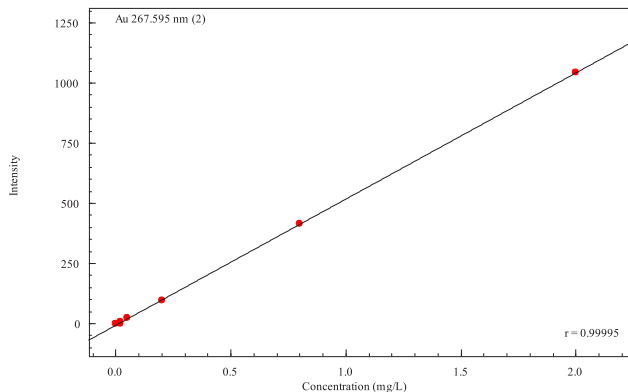


图4 Au标准曲线

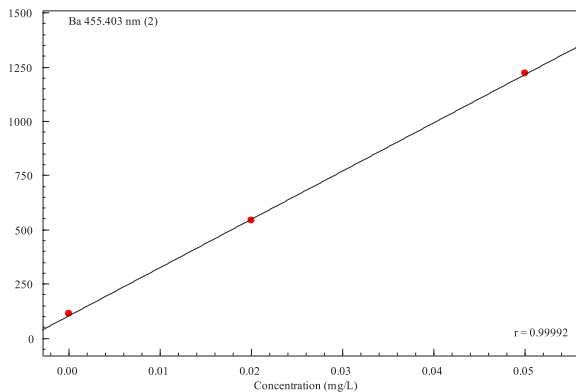


图5 Ba标准曲线

2.3 元素谱峰轮廓图

多元素同时分析时，因为发出的谱线数量非常多，所以谱线可能存在重叠（称为光谱干扰）。当样品中含多种组分并存在光谱干扰时，岛津 ICPsolution 软件具有独特的“最佳波长优化”功能，可根据元素各波长灵敏度以及相互干扰情况，自动选择最佳波长。如图 6 所示。所选各元素分析波长如图 7~ 图 10。

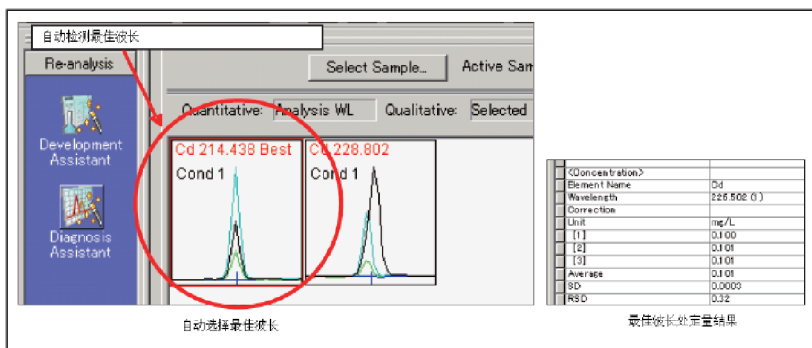


图6 ICPsolution软件“自动选择最佳波长”功能示意图

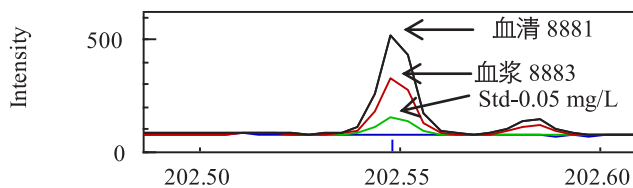


图7 Ni谱峰轮廓图

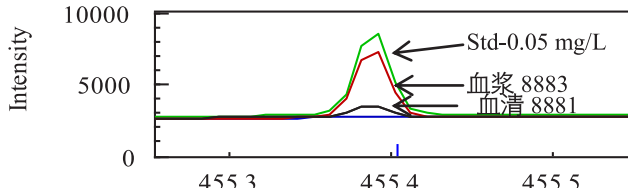


图8 Zn谱峰轮廓图

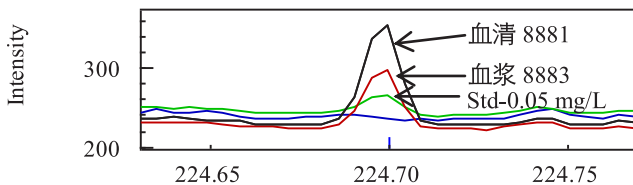
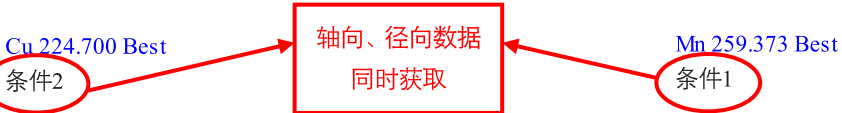


图9 Cd谱峰轮廓图

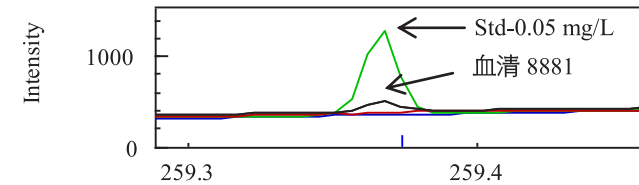


图10 Fe谱峰轮廓图

2.4 生物标准样品分析结果、检出限实验

利用 ICPE-9820, 对三种标准物质进行测定, 同时对样品空白的分析元素进行 10 次测定, 取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限, 结果见表 3。

表3 国家标准样品测定结果

标准 样品	元素	Ba	Cu	Au	Fe
	波长(nm)	455.403	224.700	267.595	238.204
	检出限(mg/L)	0.000040	0.0012	0.0017	0.0014
血清 (Serum Control, Level II 8881)	标准值(μg/L)	175±35	1360±204	1884±283	1538±154
	测定结果 (μg/L)	140	1290	1880	1550
	RSD, %	1.2	0.56	0.26	1.3
血浆 (Plasma Control, Level I, 8883)	标准值(μg/L)	-	871±174	-	-
	测定结果 (μg/L)	-	759	-	-
	RSD, %	-	2.2	-	-
标准 样品	元素	Mg	Mn*	V*	Zn
	波长(nm)	280.272	259.373	292.402	202.548
	检出限(mg/L)	0.00045	0.00018	0.00035	0.00032
血清 (Serum Control, Level II 8881)	标准值(μg/L)	24100±2400	32.7±6.5	33.4±6.7	1738±261
	测定结果 (μg/L)	24300	30.6	29.4	1490
	RSD, %	1.2	1.9	0.6	0.34
血浆 (Plasma Control, Level I, 8883)	标准值(μg/L)	16900±1700	-	-	925±185
	测定结果 (μg/L)	15200	-	-	837
	RSD, %	0.55	-	-	1.3

*表示元素为轴向观测

结论

本文采用岛津全新全谱型电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820, 测定了德国 ClinChek 冻干粉系列生物标准样品(血清、血浆)中多元素。

此方法可同时满足纯铅中微量元素检测。实验结果表明, 该方法标准样品测定与标准值吻合, 3 次进样 RSD 值 <3%, 可满足血清等生物样品微量元素检测。