

ICPMS-2030 快速测定全血中 Pb 和 Cd 的含量

ICPMS-027

摘要：参考标准 WS/T-174-1999《血中铅、隔的石墨炉原子吸收光谱测定方法》，采用酸脱蛋白，离心取上清液直接稀释进样的方法，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了全血样品中重金属 Cd 和 Pb 的含量。结果表明，Cd 和 Pb 的方法定量限为 0.15 $\mu\text{g/L}$ ；使用物标准物质 GBW09139j 进行验证，测定值与标准值吻合；样品测定精密度 (RSD, n=6) 小于 6%。该方法操作简单快速，精密度和准确度高，可满足全血样品中重金属元素成分分析的要求。

关键词：全血 铅 镉 ICPMS-2030

在临床检测中，全血样品中重金属的检测已应用多年，它可以提供有关重金属的毒性，职业暴露及摄入等信息，也用于一些疾病的诊断。血铅和血镉为毒性物质，二者对人体有多方面的不良影响，且许多影响是不可逆的。因此，测定血铅和血镉的含量具有重要的临床意义。

在临床分析中，血铅和血镉主要采用的分析方法为石墨炉原子吸收光谱法，该法的缺点是只能单元素分析，

速度慢，基体干扰严重，不利于大规模样品的分析检测。电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS) 法以其多元素同时测定，灵敏度高、线性范围宽、测试速度快、准确度高等优点正在被广大工作者使用。

本文采用酸脱蛋白，离心取上清液直接稀释进样的方法，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了全血样品中铅和镉元素的含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验用硝酸为优级纯硝酸；实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品处理

移取 1 mL 5% 硝酸置于 5 mL 具塞离心管中，准确加入 0.25 mL 血液样品，振荡 15 s，静置 10 min 后，使用离心机 12000 rpm 离心 5 min，移取上清液 0.6 mL，用 1% 的硝酸定容至 3 mL，待测。同法制取空白。

1.4 仪器参数

等离子体参数：

高频功率：1.2 kW

辅助气流速：1.1 L/min

炬管类型：Mini

雾化室：旋流

采样深度：5.0 mm

等离子体气流速：8.0 L/min

载气流速：0.7 L/min

雾化器类型：同心

雾室温度：5 $^{\circ}\text{C}$

高频频率：27.12 MHz

碰撞池参数：

碰撞气种类：He

池电压：-21 V

碰撞气流速：6.0 mL/min

能量过滤器电压：7.0 V

结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

使用 1% 硝酸配制 Cd 和 Pb 的混合标准溶液，标准溶液浓度见表 1。使用在线内标组件，内标元素为 In 和 Bi，浓度均为 200 $\mu\text{g/L}$ 。

表1 标准溶液浓度及分析元素质量数

分析元素	内标元素	标准曲线浓度($\mu\text{g/L}$)				
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
^{114}Cd	^{115}In	0	0.05	0.25	0.50	1.0
^{208}Pb	^{209}Bi	0	1	5	10	20

注：使用氦气碰撞模式

2.2 元素标准曲线如下：

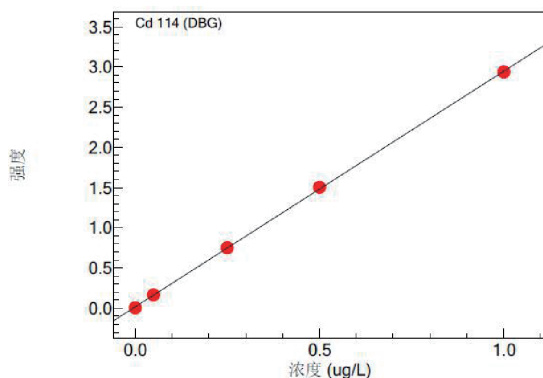


图1 Cd元素的标准曲线 $r=0.99995$

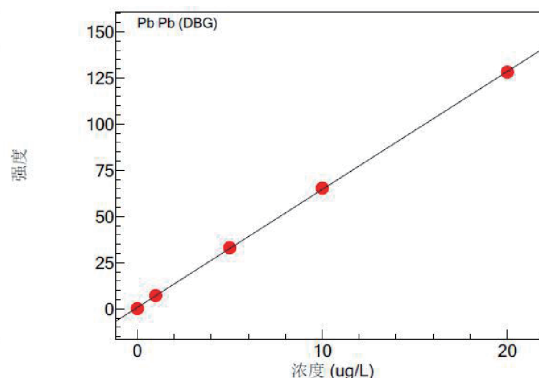


图2 Pb元素的标准曲线 $r=0.99995$

2.3 元素质量轮廓图

下图为元素的质谱峰轮廓图。

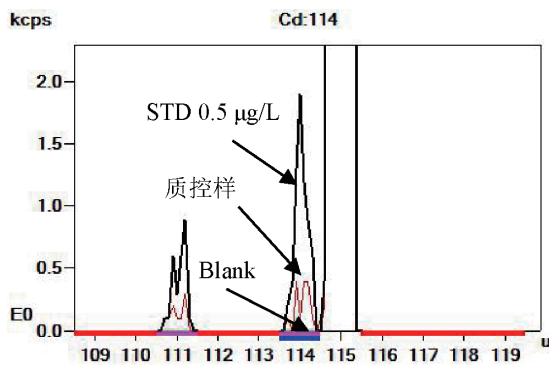


图3 Cd的谱峰轮廓图

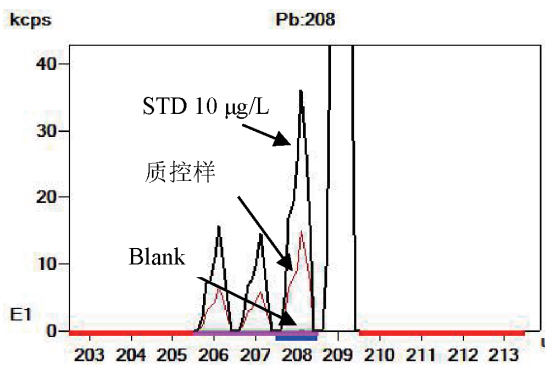


图4 Pb的谱峰轮廓图

2.4 方法检出限

按照实验方法对标准曲线空白的分析元素进行 11 次测定，以结果的 3 倍标准偏差所对应的浓度值作为仪器检出限，并根据样品处理方法计算方法检出限和方法定量限，结果列于表 2。

表2 仪器检出限和方法定量限($\mu\text{g/L}$)

元素	仪器检出限	方法检出限	方法定量限
Cd	0.002	0.05	0.15
Pb	0.002	0.05	0.15

2.5 方法准确性

按照实验方法，测定血清标准物质 GBW09139j 标准样品。分析结果表明，样品测定值与标准值吻合，3 次测定的标准偏差小于 6%。该法的精密度和准确度较高。

表3 全血质控样品的测定结果($\mu\text{g/L}$)

样品名称	分析元素	理论值	测定值	RSD (n=6) (%)
GBW09139j	^{114}Cd	1.22 \pm 0.09	1.21	5.35
	^{208}Pb	117 \pm 15	110	0.32

2.6 样品分析结果

使用 ICPMS-2030 测定了 3 个正常人全血样品中 Pb 和 Cd 的含量，实验结果见表 4。从分析结果可以看出，Cd 和 Pb 的含量都较低，Cd $<$ 0.5 $\mu\text{g/L}$ ，Pb $<$ 20 $\mu\text{g/L}$ ，远远低于《中华职业医学》提供的参考值范围 (Cd 为 5 $\mu\text{g/L}$ ，Pb 为 400 $\mu\text{g/L}$)。

表4 全血样品分析结果

分析元素	样品名称	测定值 ($\mu\text{g/L}$)	RSD (n=3) (%)	分析元素	样品名称	测定值 ($\mu\text{g/L}$)	RSD (n=3) (%)
^{114}Cd	1#	0.25	9.11	^{208}Pb	1#	16.8	0.92
	2#	0.29	9.81		2#	17.6	0.56
	3#	0.46	8.85		3#	17.1	0.88

结论

使用岛津公司新品 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪，测定了人体全血中 Cd 和 Pb 元素的含量。实验结果表明，质控样品测定值与标准值吻合，精密度的均小于 6%。正常人血中 Cd 和 Pb 的含量都较低，远远低于《中华职业医学》提供的参考值范围。该方法具有灵敏度高，检出限低，分析速度快，操作简单，准确度高特点，可满足全血样品中痕量元素分析的要求。