

# ICPMS-2030 测定尿液中多种重金属含量

## ICPMS-089

**摘要：**本文参考 GBZ/T 308-2018《尿中多种金属同时测定 电感耦合等离子体质谱法》，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了尿液中钒、铬、钴、镉、铊、铅的含量。实验结果表明：该方法操作简便、快速，样品前处理简单，各元素的相关系数  $r > 0.9996$ ，精密度好 ( $RSD < 6\%$ )，加标回收率在 94.0~107.0% 之间，该方法可适用于尿液中多元素含量的测定。

**关键词：**尿液 重金属 ICPMS-2030 多元素

人体含有多种必需的、非必需的和有害微量金属元素，准确检测这些微量元素的含量，有利于指导人们的膳食结构，控制人体体液的离子平衡，因此十分有必要了解微量元素的摄入和排出情况。因为尿液中铅、镉、铬等元素的浓度可以反应人体重金属的排出情况，间接反应机体的吸收量，是人体排出及吸收重金属的重要指标之一，因此尿液中元素浓度是临床检测和评价重金属

中毒和身体状况的重要依据之一。

由于 ICPMS 具有灵敏度高、线性范围宽、测试速度快、准确度高等优点，本文参考 GBZ/T 308-2018《尿中多种金属同时测定 电感耦合等离子体质谱法》的测试方法，采用直接稀释法处理尿液样品，使用岛津 ICPMS-2030 测定了尿液中多元素含量。

### 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；实验所用  $\text{HNO}_3$  为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

#### 1.3 样品前处理

移取 2.5 mL 试样于 50 mL 容量瓶中，用 1% 的  $\text{HNO}_3$  (V/V) 定容至刻线，摇匀，待测。同法制备样品空白溶液和样品加标溶液。

#### 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 °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

配制介质为 1% (V/V) HNO<sub>3</sub> 的 V、Cr、Co、Cd、Tl、Pb 混合系列标准溶液于 100 mL 容量瓶中，配制溶液浓度如表 1 所示。内标元素 <sup>89</sup>Y 浓度为 500 μg/L、<sup>115</sup>In 和 <sup>165</sup>Ho 浓度均为 50 μg/L，采用内标组件在线添加。

表1 元素标准溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	标准曲线浓度(μg/L)					
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
V*	51	0.00	0.50	1.0	2.5	5.0	10.0
Cr*	53	0.00	0.50	1.0	2.5	5.0	10.0
Co	59	0.00	0.50	1.0	2.5	5.0	10.0
Cd	111	0.00	0.50	1.0	2.5	5.0	10.0
Tl	205	0.00	0.50	1.0	2.5	5.0	10.0
Pb	208	0.00	0.50	1.0	2.5	5.0	10.0

注：\*元素均采用氦气碰撞模式

### 2.2 各元素标准曲线如下

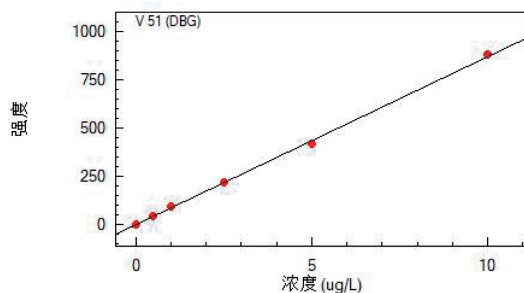


图1 V元素的标准曲线 r=0.99968

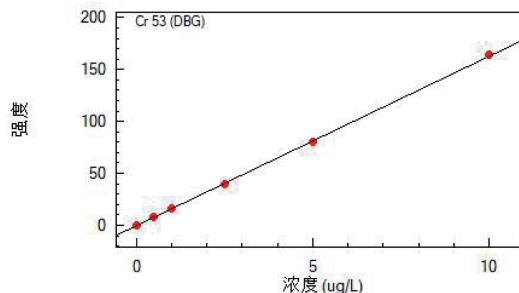


图2 Cr元素的标准曲线 r=0.99989

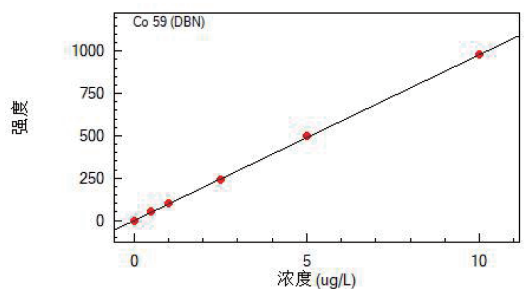


图3 Co元素的标准曲线 r=0.99992

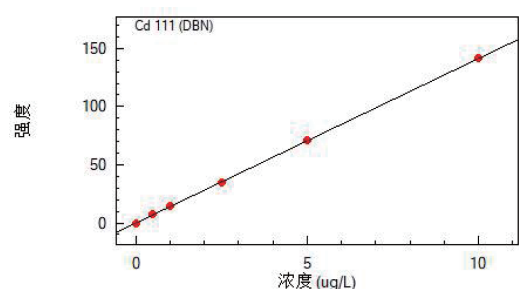


图4 Cd元素的标准曲线 r=0.99996

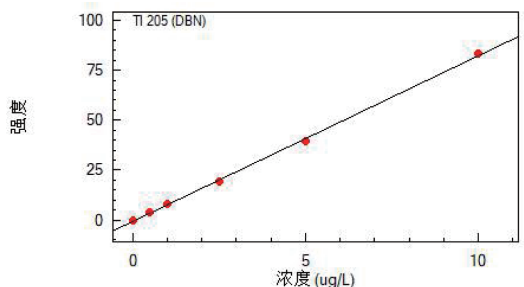


图5 Tl元素的标准曲线 r=0.99967

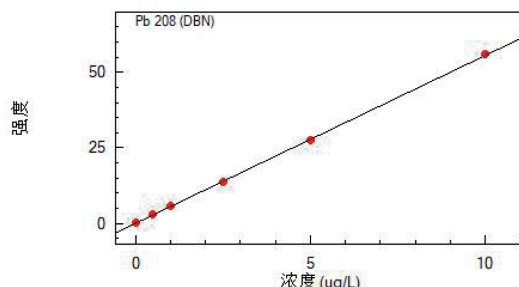


图6 Pb元素的标准曲线 r=0.99993

### 2.3 样品分析及加标回收率

使用 ICPMS-2030 测定了尿液中钒、铬、钴、镉、铊、铅的含量，同时对样品空白进行 11 次测定，计算各元素的方法检出限。按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，取 3 倍强度的标准偏差除以曲线斜率求得各元素在溶液中的检出限；根据样品稀释倍数（20 倍），求得该方法的检出限；同时进行试验，计算回收率，实验结果见表 2。

测定尿液样品中的重金属元素含量，每个样品重复测定 3 次。

表2 样品分析及加标回收率

元素	内标	分析结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标后测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD(n=3) (%)	回收率 (%)	方法检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )
V	$^{89}\text{Y}$	ND	2.0	1.89	1.00	94.5	0.11
Cr	$^{89}\text{Y}$	ND	2.0	1.90	4.74	95.0	0.48
Co	$^{89}\text{Y}$	ND	2.0	2.14	3.19	107.0	0.05
Cd	$^{115}\text{In}$	ND	2.0	2.02	2.00	101.0	0.05
Tl	$^{165}\text{Ho}$	ND	2.0	1.89	4.79	94.5	0.01
Pb	$^{165}\text{Ho}$	ND	2.0	1.88	5.70	94.0	0.78

备注：ND未检出

### 2.4 方法精密度实验

为了验证本方法的重复性，取 6 份同样的样品，分别向样品中加入含各元素的标准溶液（最终溶液各元素加标量均为  $2\mu\text{g/L}$ ），求出 6 份样品加标测定结果的 RSD 值，确定方法的精密度，其结果见表 3。

表3 样品加标样测定结果和精密度

元素	加标样 (测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ ))						RSD (%)
	1#样品	2#样品	3#样品	4#样品	5#样品	6#样品	
V	2.07	2.15	1.93	2.07	1.98	2.07	3.83
Cr	2.12	2.16	1.96	2.06	1.92	2.12	5.20
Co	1.89	1.99	1.92	1.91	1.92	1.89	1.78
Cd	1.98	2.02	1.9	1.86	1.98	1.98	3.05
Tl	1.72	1.76	1.67	1.75	1.68	1.72	3.14
Pb	1.74	1.7	1.64	1.82	1.64	1.74	5.28

## 结论

ICPMS-2030 的八极杆碰撞池通过引入氦气碰撞，可以有效地消除干扰。当分析结果异常，需要经验去识别甄别时，岛津 LabSolutions ICPMS 软件具有独特的“诊断助手”功能，可根据各元素的质量灵敏度、等效背景浓度、干扰情况等因素综合判断，对结果做出“Best”，“Good”和“NG”的判断，并给出相应的诊断依据，可大大提高分析效率并保证分析结果的准确性。

采用岛津公司电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 测定尿液中重金属元素的含量，元素线性关系及重复性良好，定量准确，各元素的相关系数  $r > 0.9996$ ，加标回收率在 94.0~107.0% 之间，6 份样品加标重复性测试结果的相对标准偏差小于 6%。该方法操作简便、快速，样品前处理简单，可以满足国标对尿液中多元素含量的测定。