

# ICPMS 法测定尿液中的多种金属元素

## ICPMS-202

**摘要：**本文参考标准 GBZ/T 308-2018《尿中多种金属元素同时测定 电感耦合等离子体质谱法》，使用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 系列测定了尿中钒 (V)、铬 (Cr)、钴 (Co)、镉 (Cd)、铊 (Tl)、铅 (Pb) 的含量。ICPMS-2030 系列测定尿液中各金属元素线性相关系数良好， $r > 0.99987$ ；各元素检出限均低于标准要求的方法检出限；加标回收率良好，回收率在 90.0%~104.8%。结果表明，该方法检出限低，准确度高，并且能够快速的测定尿液中的多种金属元素。

**关键词：**ICPMS-2030 系列 尿液 多种金属元素

### 技术特点：

- ❖ 尿液样品稀释后直接进样，样品前处理方便快捷。
- ❖ 该方法可以同时测定多种金属元素，具有高灵敏度、检出限低特点。

人体中的金属元素和人体健康息息相关，许多金属元素是人体必不可少的重要组成成分，但是部分金属超过一定浓度时，就会引起急性中毒或在人体内蓄积产生长久的毒害作用。随着现代科技和工业的快速发展，金属的污染可能会涉及到人类生产生活的各方各面。在人类生活和职业的过程中，金属中毒的现象时有发生，快速的检定人体金属含量尤其是有毒金属的含量就十分有意义。

毒物和毒物代谢物的含量测定，是临床上证实毒物存在的重要客观证据。职业人群生物样品检验能够较为准确地提供劳动者的实际接触水平，有毒物质的增高说

明体内的过度吸收，尿中元素的生物学水平是反映环境质量和职业接触的重要指标，并且尿液取样简单，无伤害，是最常用生物材料，所以检测尿液的金属浓度可以反映尿滞留膀胱期间代谢物在血浆中的平均浓度。

ICP-MS 作为高灵敏度、多元素快速分析的无机质谱技术，是痕量、超痕量元素分析的主要手段。本文参考 GBZ/T 308-2018《尿中多种金属元素同时测定 电感耦合等离子体质谱法》，使用岛津 ICPMS-2030 系列测定了尿液中钒 (V)、铬 (Cr)、钴 (Co)、镉 (Cd)、铊 (Tl)、铅 (Pb) 元素的含量，该方法可同时测定多种元素，具有灵敏度高，检出限低的优点。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

ICPMS-2030 系列电感耦合等离子质谱仪

### 1.2 分析条件

CPMS-2030 系列分析条件见表 1。

表 1 ICPMS-2030 分析条件

参 数	参数设定	参 数	参数设定
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	9.0 L/min
辅助气流速	1.10 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器	同心雾化器
雾化室	旋流雾化室	雾化室温度	5°C
采样深度	5.0 mm	高频频率	27.12 MHz
碰撞气体	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-21 V	能量过滤器电压	7.0 V

### 1.3 实验室器皿及试剂

实验所用器皿均使用硝酸溶液 (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; 实验用水为去离子水。

多元素标准溶液 (100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) ; Y、In、Ho 单元素标准溶液 (100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) 。

### 1.4 样品前处理

依据 GBZ/T 295 进行尿样采集, 用具塞聚乙烯塑料瓶收集尿样, 混匀后, 按 100 mL 尿样中加入 1 mL 硝酸后, 放置于 4°C 冰箱保存, 用时恢复至室温。

取保存尿样先恢复至室温, 摇匀, 吸取尿样 0.5 mL 置聚乙烯塑料管中, 加入 9.5 mL 1% 硝酸溶液, 充分混匀, 同时用 0.25 mL 去离子水代替尿样, 按样品同样处理, 作为试剂空白。

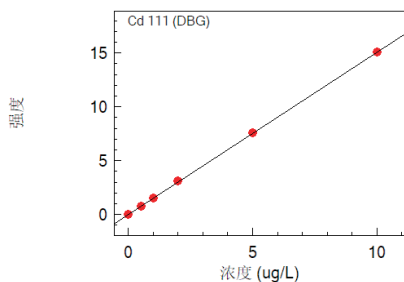
## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准曲线和检出限

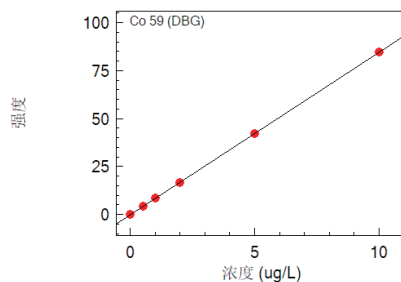
配制介质为 1%  $\text{HNO}_3$  的金属元素钒、铬、钴、镉、铊、铅 0  $\mu\text{g}/\text{L}$ ~10  $\mu\text{g}/\text{L}$  标准溶液于 50 mL 容量瓶中, 配制浓度如表 2 所示。内标元素为  $^{89}\text{Y}$ ,  $^{115}\text{In}$ ,  $^{165}\text{Ho}$ , 浓度都为 100  $\mu\text{g}/\text{L}$ 。标准曲线见图 1, 根据仪器自身软件计算出仪器检出限, 并对空白试样进行 11 次测定, 以空白试样测定浓度标准偏差的 3 倍并乘以稀释倍数为方法检出限。IDL 和 MDL 结果见表 3。全部使用氦气碰撞模式。

表 2 标准溶液浓度及分析质量数

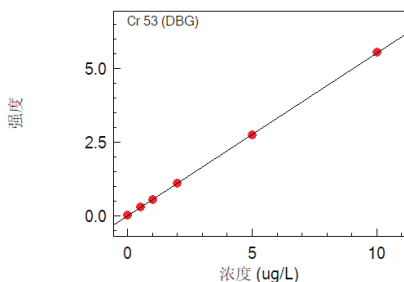
元素	质量数 (amu)	标准曲线浓度 ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )					
		Blank	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7
Cd	111	0	0.5	1	2	5	10
Co	59	0	0.5	1	2	5	10
Cr	53	0	0.5	1	2	5	10
Pb	208	0	0.5	1	2	5	10
Tl	205	0	0.5	1	2	5	10
V	51	0	0.5	1	2	5	10



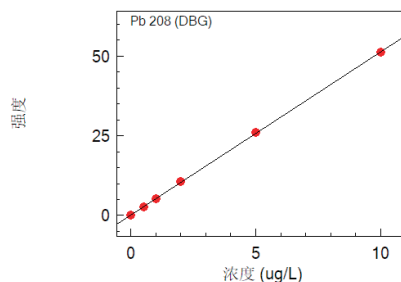
Cd 元素标准曲线



Co 元素标准曲线



Cr 元素标准曲线



Pb 元素标准曲线

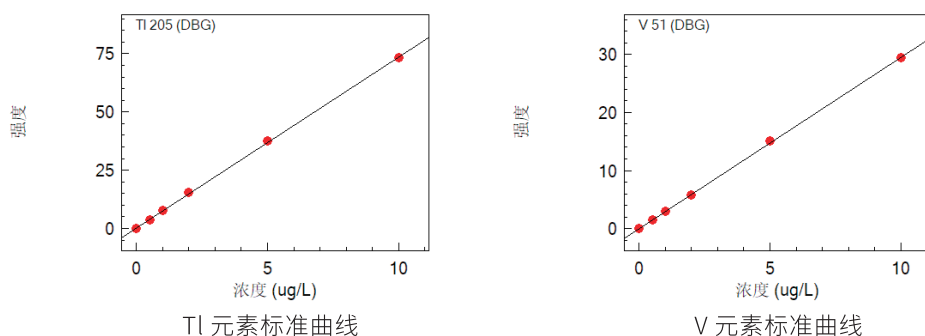


图 1 分析元素标准曲线

表 3 仪器检出限和方法检出限

元素	质量数	内标元素	相关系数	IDL( $\mu\text{g/L}$ )	MDL( $\mu\text{g/L}$ ) (n=11)	标准 GBZ/T 308-2018 检 出限要求 ( $\mu\text{g/L}$ )
Cd	111	$^{115}\text{In}$	0.99999	0.0003	0.014	0.06
Co	59	$^{89}\text{Y}$	1.00000	0.0008	0.008	0.09
Cr	53	$^{89}\text{Y}$	0.99996	0.0062	0.212	0.57
Pb	208	$^{165}\text{Ho}$	0.99993	0.0010	0.032	1.67
Tl	205	$^{165}\text{Ho}$	0.99987	0.0002	0.074	0.32
V	51	$^{89}\text{Y}$	0.99992	0.0009	0.014	0.36

## 2.2 样品测定结果及加标回收率

样品按照前处理程序处理后，使用内标法，在线内标测定，测定结果见表 4，平行样品加入不同浓度的标液进行测试，所得的样品加标回收率为 90.0%~104.8%。

表 4 样品测定结果及加标回收率

元素	质量数	内标	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量后结果 ( $\mu\text{g/L}$ ) 加标量 (0.5 $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)
Cd	111	$^{115}\text{In}$	N.D.	N.D.	0.483	96.6
Co	59	$^{89}\text{Y}$	N.D.	N.D.	0.498	99.6
Cr	53	$^{89}\text{Y}$	N.D.	N.D.	0.524	104.8
Pb	208	$^{165}\text{Ho}$	N.D.	N.D.	0.450	90.0
Tl	205	$^{165}\text{Ho}$	N.D.	N.D.	0.459	91.8
V	51	$^{89}\text{Y}$	N.D.	N.D.	0.513	102.6

## ■ 结论

参考 GBZ/T 308-2018《尿中多种金属元素同时测定 电感耦合等离子体质谱法》，使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪同时测定了尿液中钒 (V)、铬 (Cr)、钴 (Co)、镉 (Cd)、铊 (Tl)、铅 (Pb) 元素的含量。实验结果表明，该方法检出限低，准确度好，高低含量元素可以同时测量，加标回收率在 90.0%~104.8% 范围内，适合测试尿液中多种金属元素的同时检测。

岛津应用云

