

ICPMS-2030 快速测定人血白蛋白中铝残留量

ICPMS-034

摘要：人血蛋白样品用 2% 硝酸溶液直接稀释，以 ^{45}Sc 为内标元素，采用标准曲线法测定，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了人血白蛋白样品中的铝残留量。实验结果表明，铝离子浓度在 0~100 $\mu\text{g/L}$ 范围内呈良好的线性关系 ($r=0.9999$)，加标回收率分别为 101%，检出限为 0.14 $\mu\text{g/L}$ ，精密度高 ($\text{RSD}\leq 2.0\%$)，分析速度快，操作简单，该方法可作为人血白蛋白铝残留量测定方法。

关键词：ICPMS-2030 人血白蛋白 铝残留量

铝是自然界含量最多的金属元素之一，占地壳总重量的 7.45%。但在人体组织中含量却很低。铝有可能引发软骨病、贫血和肾功能衰竭等潜在危害性。各国对人血白蛋白中的铝残留量进行严格规定。2005 年版中国药典增加了人血白蛋白中铝残留量的检测，限度为 200 $\mu\text{g/L}$ 。

目前无机分析常用仪器有原子吸收分光光度计 (AAS)、电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-AES)、电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS) 三大类。FL-AAS 灵敏度太低；ICP-OES 虽能多元素同时检测，但也无法满足生物样品中 ng 量级的铝残留量测定要求；石墨炉原子

吸收分光光度法 (GF-AAS) 可用于痕量分析，是目前人血白蛋白铝残留量的常用检测方法，但其分析速度慢，不适用于多元素同时分析，易受基体干扰，峰形不佳，重复性较差，石墨管消耗快，线性范围窄。ICP-MS 是能同时测定多种金属元素含量，具有更低的检出限，更宽的浓度动态线性范围，对实际样品分析有最好的抗干扰能力，在痕量金属含量的测定方面具有较大优势。

本文采用最简单快速的样品直接稀释方法，使用岛津新品电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 测定了人血白蛋白中的铝。

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 HNO_3 为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

人血蛋白样品用 2% 硝酸直接稀释 10 倍。

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°C

高频频率：27.12 MHz

结果与讨论

2.1 标准曲线溶液及内标溶液配制

使用 2% HNO_3 配制 Al 的标准溶液。配制浓度如表 1 所示。

表1 标准溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	标准曲线浓度($\mu\text{g/L}$)					
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Al	27	0.00	1.0	5.0	20.0	50.0	100.0

2.2 Al 元素标准曲线如下:

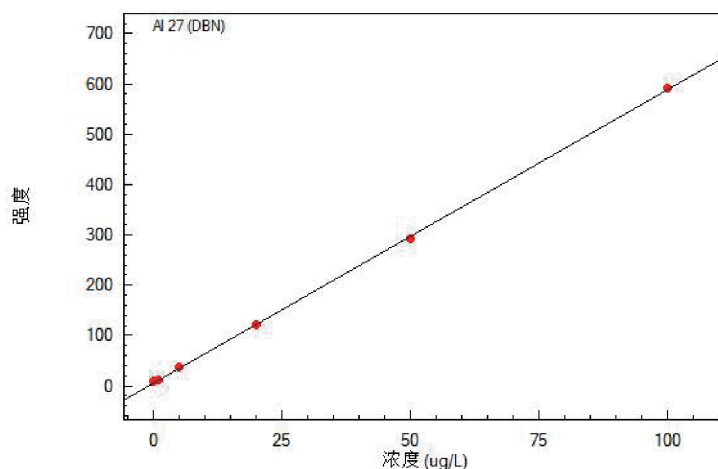


图1 Al元素的标准曲线 $r=0.9999$

Al 与内标 Sc(45) 的计数值比 Y 与铝的浓度 X 之间呈现良好的线性关系，线性方程 $Y=0.1897817X-1.780959$

2.3 铝元素质量轮廓图

质谱分析存在着同量异位素干扰、多原子离子干扰、难熔氧化物干扰、双电荷离子干扰和基体干扰等多种类型的干扰因素。ICPMS-2030 的八极杆碰撞池通过引入氦气碰撞，可以有效地消除多原子离子干扰、难熔氧化物干扰和双电荷离子干扰等。本法未采用氦气碰撞模式，这是由于 Al 的质量数小，在氦气碰撞模式下，碰撞池内损失的铝离子较多，造成 Al 的灵敏度降低。

当分析结果异常，需要经验去识别甄选时，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。

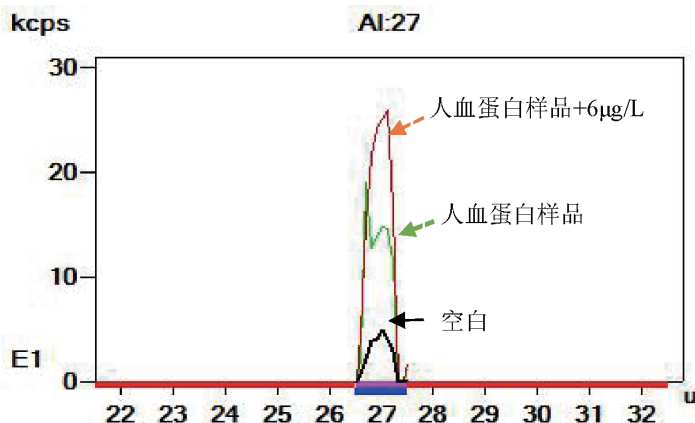


图2 Al元素质量轮廓图

2.4 样品分析结果

使用 ICPMS-2030 直接测定 8 批次人血白蛋白中的铝含量。实验结果见表 2。

表2 人血白蛋白样品分析结果

样品名称	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	RSD(%) (n=3)	样品含量 ($\mu\text{g/L}$)
1#	7.88	0.91	78.8
2#	4.72	0.8	47.2
3#	8.36	0.71	83.6
4#	10.7	0.71	107
5#	5.16	0.05	51.6
6#	3.59	1.51	35.9
7#	14.3	0.15	143
8#	14.3	0.79	143

2.5 ICP-MS 回收率研究

选取 3# 样品，加标 $6.0 \mu\text{g/L}$ ，测定，计算回收率，回收率分别为：101%。

表3 3#样品加标结果

元素	校正内标	原始浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标后测 定结果	回收率 (%)
Al	^{45}Sc	8.43	6.0	14.5	101

2.6 ICP-MS 重复性实验

选取 3# 样品，连续进样十次后，观测 3# 样品的稳定性，结果显示，连续进样 10 次 3# 样品的平均铝含量为 $8.46 \mu\text{g/L}$ ，RSD% 为 1.3%，见图 3。

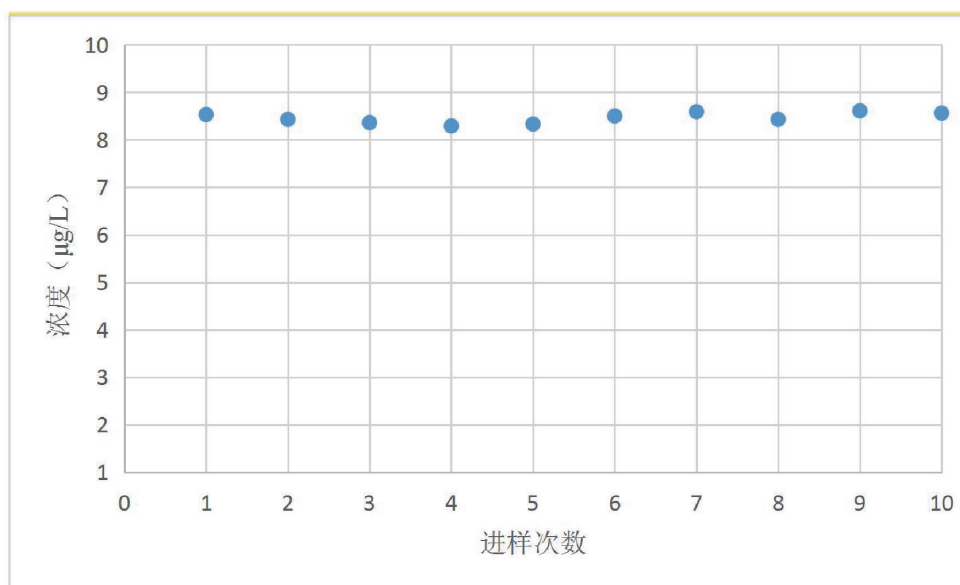


图3 Al元素重复进样数据

人血白蛋白含量通常为 20%，粘度较高，有机质也较高，在连续检测不同的稀释人血白蛋白样品 4 小时后，观测采样锥的积碳情况，结果令人满意，采样锥上无明显积碳。

■ 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血白蛋白中的铝残留量，人血白蛋白对测定基本没有干扰，加标回收率满意，方法稳定性好。该方法具有线性范围宽（铝离子浓度在 0~100 $\mu\text{g/L}$ 范围内呈良好的线性关系 ($r=0.9999$)), 检出限为 0.14 $\mu\text{g/L}$ ，精密度高 ($\text{RSD}\leq 2.0\%$)，分析速度快，操作简单，可行度高等特点，是人血白蛋白铝残留量测定的良好选择。