

# ICPMS-2030 测定尿液中多种金属元素的含量

## ICPMS-013

**摘要：**参考《SFZ JD0107017-2015 生物检材中 32 种元素的测定电感耦合等离子体质谱法》前处理方法，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了尿液中的多种金属元素的含量，并通过加标回收率实验对方法进行了验证。实验结果表明，尿液样品回收率在 90%~110% 之间。该方法操作简单，定量准确，线性范围宽，可满足人尿中多种金属元素成分分析的要求。

**关键词：**尿液 ICPMS-2030 金属元素

微量元素在人体中存在适量的平衡，各种微量元素之间不仅各自独立作用，而且相互协调、相互拮抗，元素只有在人体内的比例合适才能发挥其良性效应。因此如何准确、快速、方便的检测人体内微量元素的含量及形态，补充微量元素，排除有害元素，更好的了解微量元素的摄入和排出情况，为疾病预防和临床治疗提供有价值的资料成为微量元素相关领域亟待解决的问题。目前常用的分析样品由血液、尿液、头发、指甲等。

因尿中铅、镉、锰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。

早期国家规定的尿液中金属检测的方法主要是原子吸收光谱法，如《WST 32-1996 尿中镉的石墨炉原子吸收光谱测定方法》等，相比于之前的方法，ICP-MS 法具有灵敏度高、线性范围宽、测试速度快、准确度高等优点，更适用于尿液中多种金属元素的快速分析。

本文参考《SFZ JD0107017-2015 生物检材中 32 种元素的测定电感耦合等离子体质谱法》，采用岛津新品电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 测定了人尿中多种金属元素的含量。

## 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

实验所用器皿为玻璃材质，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

使用移液器移取 1.25 mL 尿液样品于 50 mL 容量瓶，添加内标溶液后使用 5% 硝酸定容至刻度。内标元素 Sc、Y、Rh、Tb、Ho 浓度均为 5 ppb。

### 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

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：5.0 V

## 结果讨论

### 2.1 标准曲线溶液配制

使用 5% 硝酸配制不同浓度的混合标准溶液，定容前加入内标溶液，标准溶液浓度见表 1。内标元素 Sc、Y、Rh、Tb、Ho 浓度均为 5 ppb。

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(μg/L)							
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7	STD8
Ag	107	0	0.1	0.5	1	5	--	--	--
As	75	0	--	0.5	1	5	10	--	--
Ba	138	0	0.1	0.5	1	5	--	--	--
Be*	9	0	0.1	0.5	1	5	--	--	--
Cd	114	0	0.1	0.5	1	5	--	--	--
Co	59	0	0.1	0.5	1	5	--	--	--
Cr	52	0	0.1	0.5	1	5	--	--	--
Cs	133	0	0.1	0.5	1	5	--	--	--
Cu	63	0	0.1	0.5	1	5	--	--	--
Fe	56	0	--	--	1	5	10	50	--
Ga	69	0	0.1	0.5	1	5	--	--	--
Hg	200	0	0.1	0.5	1	5	--	--	--
Mn	55	0	0.1	0.5	1	5	--	--	--
Ni	58	0	0.1	0.5	1	5	--	--	--
Pb	208	0	0.1	0.5	1	5	--	--	--
Rb	85	0	--	--	--	5	10	50	200
Sr	88	0	--	0.5	1	5	10	--	--
V	51	0	0.1	0.5	1	5	--	--	--
Zn	64	0	--	--	1	5	10	50	--

注：\*为不使用氦气碰撞模式

### 2.2 部分元素标准曲线如下：

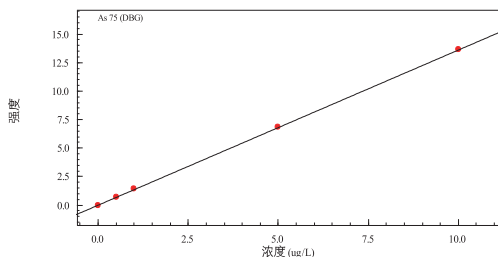


图1 As元素的标准曲线  $r=0.99996$

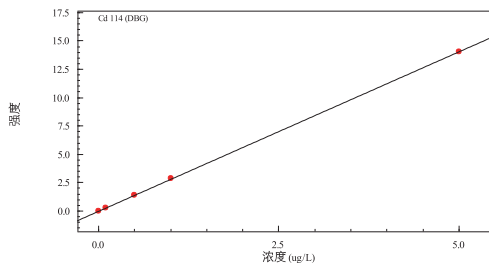


图2 Cd元素的标准曲线  $r=0.99999$

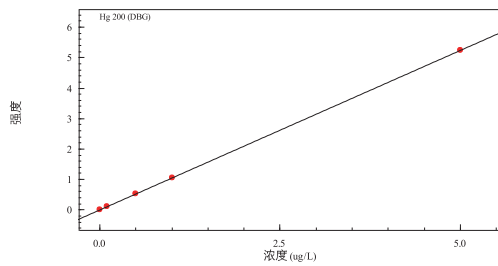


图3 Hg元素的标准曲线  $r=1.00000$

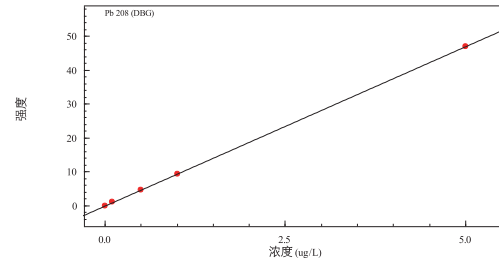


图4 Pb元素的标准曲线  $r=0.99999$

### 2.3 部分元素质量轮廓图

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等干扰。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。

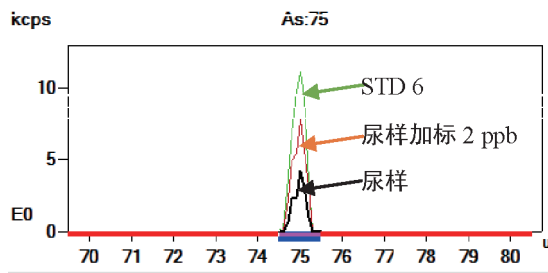


图5 As元素质量轮廓图

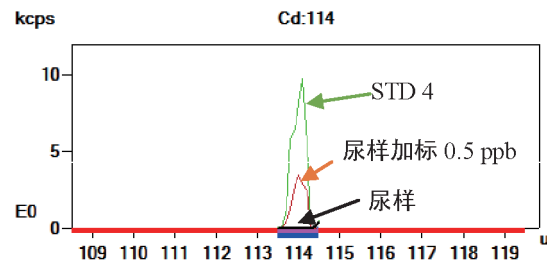


图6 Cd元素质量轮廓图

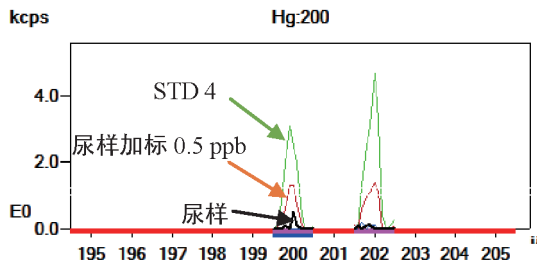


图7 Hg元素质量轮廓图

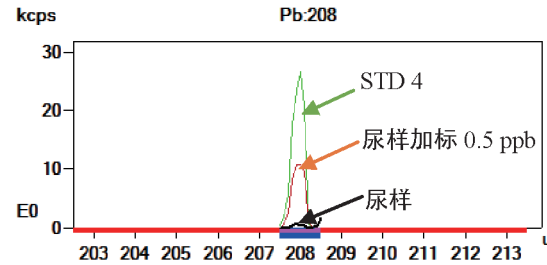


图8 Pb元素质量轮廓图

### 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，结果列于表 2。

表2 方法检出限

元素	仪器检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	方法检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	元素	仪器检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	方法检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )
Ag	0.001	0.04	Ga	0.002	0.08
Fe	0.04	1.60	Hg	0.007	0.28
As	0.001	0.04	Mn	0.002	0.08
Ba	0.002	0.08	Ni	0.005	0.20
Be*	0.001	0.04	Pb	0.002	0.08
Cd	0.001	0.04	Rb	0.002	0.08
Co	0.001	0.04	Sr	0.001	0.04
Cr	0.003	0.12	V	0.001	0.04
Cs	0.001	0.04	Zn	0.009	0.36
Cu	0.07	2.80			

注：\*为不使用氦气 碰撞模式

## 2.5 样品分析及加标回收率

使用 ICPMS-2030 直接测定尿样中多种金属元素的含量，并进行加标回收实验，实验结果见表 3。

表3 尿样及尿样加标分析结果

元素	校正内标	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标后测定浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD(%) (n=3)	加标回收率 (%)	样品含量 ( $\mu\text{g/L}$ )
Ag	$^{103}\text{Rh}$	ND	0.50	0.501	2.55	100.2	ND
As	$^{89}\text{Y}$	2.74	2.00	4.78	0.97	102.0	109.6
Ba	$^{159}\text{Tb}$	0.021	0.50	0.537	3.17	103.4	0.84
Be*	$^{45}\text{Sc}$	ND	0.50	0.515	5.22	103.0	ND
Cd	$^{159}\text{Tb}$	ND	0.50	0.499	3.36	99.8	ND
Co	$^{89}\text{Y}$	0.004	0.50	0.478	3.02	94.8	0.16
Cr	$^{45}\text{Sc}$	0.007	0.50	0.495	2.75	97.6	0.28
Cs	$^{159}\text{Tb}$	0.274	0.50	0.815	3.36	108.2	10.96
Cu	$^{103}\text{Rh}$	ND	0.50	0.51	3.42	102.0	ND
Fe	$^{89}\text{Y}$	ND	2.00	2.11	3.86	105.5	ND
Ga	$^{89}\text{Y}$	0.002	0.50	0.487	2.40	96.9	0.08
Hg	$^{165}\text{Ho}$	0.05	0.50	0.507	3.05	91.4	2.00
Mn	$^{45}\text{Sc}$	ND	0.50	0.492	2.73	98.4	ND
Ni	$^{45}\text{Sc}$	0.035	0.50	0.505	3.05	94.0	1.40
Pb	$^{159}\text{Tb}$	0.02	0.50	0.504	0.43	96.8	0.80
Rb	$^{89}\text{Y}$	63.4	20.0	83.2	1.23	99.0	2536
Sr	$^{89}\text{Y}$	2.99	5.00	7.84	1.23	97.0	119.6
V	$^{45}\text{Sc}$	0.068	0.50	0.59	6.43	104.0	2.72
Zn	$^{89}\text{Y}$	15.3	20.0	35.7	0.36	102.0	612

注：\*为不使用氦气碰撞模式；ND：未检出

## ■ 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尿液中多种金属元素的含量。实验结果表明，尿样样品加标回收率在 90%~110% 之间。该方法具有灵敏度高，检出限低，精密度高，分析速度快，操作简单，准确度高等特点，可满足人尿中多种金属元素分析的要求。