

ICPMS-2030 测定尿液中碘的含量

ICPMS-007

摘要：参考《WS/T 107.2-2016 尿中碘的测定第2部分：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碘的含量，同时以冻干人尿中碘成分分析标准物质 GBW09111 作为质控样，实验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 100%~105% 之间，且质控样品分析结果与标准值吻合。该方法操作简单，定量准确，线性范围宽，可满足卫生部规定的对人尿中碘成分分析的要求。

关键词：尿碘 ICPMS-2030

碘是人体必需的微量元素之一，是人体合成甲状腺激素的必要元素。严重的碘缺乏会导致地方性甲状腺肿等疾病的发生，孕妇体内碘缺乏更是容易导致流产、胎儿发育不良等；而长期摄入碘过量也对人体有诸多危害，如引起高碘甲状腺肿、甲亢等疾病，因此，合理稳定的碘摄入对人体健康非常重要。人体通过饮食，空气，水等方式摄入的碘，80-90% 由肾脏排出，因此尿碘是一种反映人体碘营养水平的重要指标，世界卫生组织 (WHO) 建议 14 岁以上的男性及非妊娠妇女的最适宜

尿碘为 100-500 $\mu\text{g/L}$ 。目前尿碘的检测主要有两种方法，铀钼催化分光光度法和电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS)，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，相比于铀钼催化分光光度法，更适用于尿碘的快速分析。

本文参考《WS/T 107.2-2016 尿中碘的测定第2部分：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 测定了冻干人尿中碘成分分析标准物质 GBW09111 和尿样中碘的含量。

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；实验所用的碘酸钾为基准试剂，实验所用四甲基氢氧化铵溶液 (25%，水溶液)、曲拉通 X-100 为保证试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 溶液配制

1.3.1 四甲基氢氧化铵溶液 (0.25% 质量分数)

取 10 mL 四甲基氢氧化铵，用纯水稀释至 1000 mL。

1.3.2 曲拉通 X-100(1% 质量分数)

取 1 mL 曲拉通 X-100，纯水稀释至 100 mL。

1.3.3 稀释剂 (0.25% 四甲基氢氧化铵和 0.02% 曲拉通 X-100 混合溶液)

临用时取 10 mL 四甲基氢氧化铵 (25%，水溶液) 和 20 mL 曲拉通 X-100(1.3.2)，纯水稀释至 1000 mL。

1.3.4 碘标准溶液

碘标准储备液 [1000.0 mg/L]：准确称取 0.1686 g 经 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘干至恒重的碘酸钾，加纯水溶解，并用纯水定容至 100 mL 棕色容量瓶中。4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存。

使用 25% 四甲基氢氧化铵溶液 (1.3.1) 逐级稀释至浓度为 0.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 、100.0 $\mu\text{g/L}$ 、150.0 $\mu\text{g/L}$ 、300.0 $\mu\text{g/L}$ 、600.0 $\mu\text{g/L}$ 、1000.0 $\mu\text{g/L}$ 的标准溶液，待用。

1.3.5 内标溶液

使用 25% 四甲基氢氧化铵溶液 (1.3.1) 将铀元素单标溶液 [1000.0 mg/L] 稀释至 1 mg/L。

1.4 样品处理

向冻干人尿中碘成分分析标准物质 GBW09111 中加入 5.0 mL 纯水后震荡，得到冻干人尿中碘成分分析标准物质复原液。收集 50 mL 尿液，置于聚乙烯塑料瓶中。

分别取 1.0 mL 冻干人尿中碘成分分析标准物质复原液、1.0 mL 尿样，各加入 1.0 mL 纯水及 8.0 mL 稀释剂(1.3.3)，混匀待测。

取 1.0 mL 尿样两份，分别加入 1.0 mL 浓度为 300.0 $\mu\text{g/L}$ 和 600.0 $\mu\text{g/L}$ 的碘标准溶液，各加入 8.0 mL 稀释剂(1.3.3)，混匀待测。

1.5 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

矩管类型：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：5.0 V

结果讨论

2.1 标准曲线溶液配制

分别取浓度为 0.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 、100.0 $\mu\text{g/L}$ 、150.0 $\mu\text{g/L}$ 、300.0 $\mu\text{g/L}$ 、600.0 $\mu\text{g/L}$ 、1000.0 $\mu\text{g/L}$ 的碘标准溶液 1.0 mL，加入 1.0 mL 本底尿（碘含量低于 70 $\mu\text{g/L}$ 的澄清尿样）及 8.0 mL 稀释剂(1.3.3)，混匀。标准加入法分析样品溶液中碘的含量。

使用 1 mg/L 的碲元素标液作为内标溶液，采用在线内标加入方式进行内标校正。

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($\mu\text{g/L}$)							
		SA1	SA2	SA3	SA4	SA5	SA6	SA7	SA8
I*	127	0	1	5	10	15	30	60	100

注：*为使用氦气碰撞模式

2.2 碘标准曲线如下：

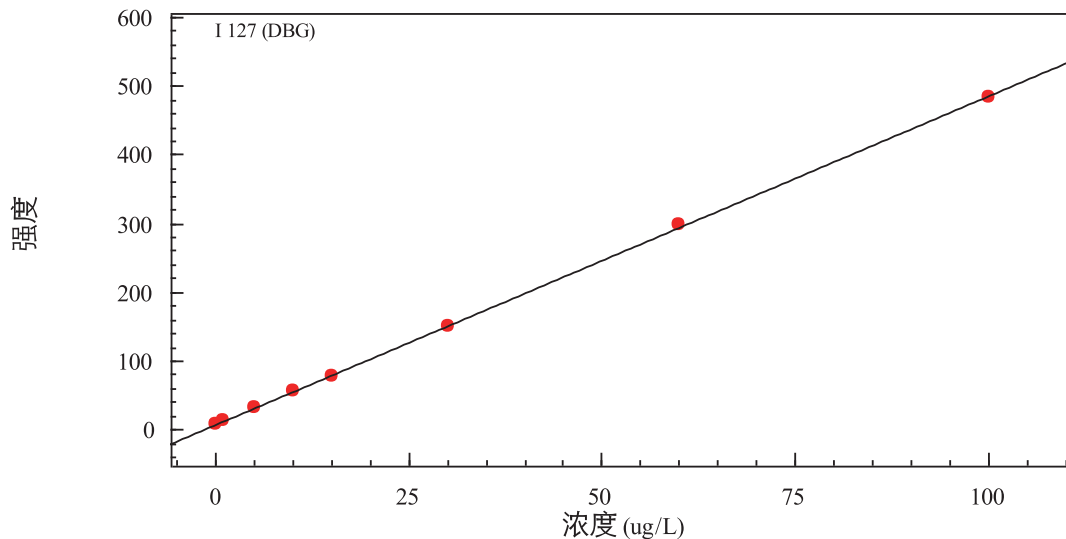


图1 碘元素标准曲线 $r=0.99996$

2.3 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。

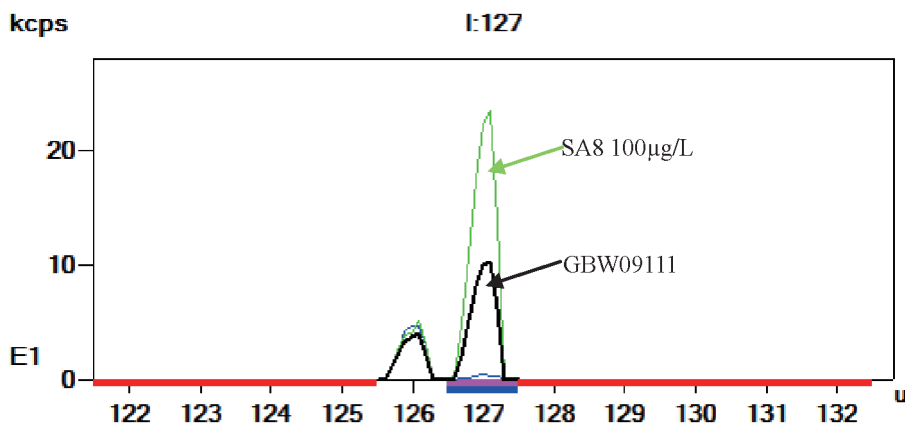


图2 碘元素质量轮廓图

2.4 样品分析及加标回收率

使用 ICPMS-2030 标准加入法测定冻干人尿中碘成分分析标准物质 GBW09111，实验结果见表 3。测定尿样中碘的含量，并进行加标回收实验，实验结果见表 2。

表2 冻干人尿中碘成分分析标准物质GBW09111分析结果

元素	校正内标	标准值 (µg/L)	测定值 (µg/L)	RSD(%) (n=3)
I*	¹²⁶ Te	550± 17	545	0.85

表3 尿样及尿样加标分析结果

元素	校正内标	测定值 (µg/L)	RSD(%) (n=3)	加标浓度 (µg/L)	加标后测定浓度 (µg/L)	加标回收率 (%)
I*	¹²⁶ Te	422	1.10	300	735	104.3
				600	1040	103.0

注：*为使用氦气碰撞模式

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的碘的含量，并使用冻干人尿中碘成分分析标准物质 GBW09111 作为质控样。实验结果表明，质控样分析结果同标准值吻合，且尿样样品加标回收率在 100%~105% 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，可满足卫生部规定的对人尿中碘成分分析的要求。