

ICPMS-2030 测定人发中多种金属元素的含量

ICPMS-004

摘要：采用微波消解样品前处理方法，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了人发中的 As、Ba、Cr 和 Pb 等 23 种金属元素含量。实验结果表明，该方法具有灵敏度高，检出限低 (0.005~19.86 ng/g)，精密度高 (RSD≤4.34%)，分析速度快，操作简单，实验结果与标准值吻合，该方法可适于人发样品中的金属元素测定。

关键词：人发 ICPMS-2030 金属元素

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，有利于指导人们的膳食结构，控制人体体液的离子平衡，保障身体健康。可用于检测的生物材料包括唾液、体液、尿液、血液、头发和组织器官。头发微量元素测试结果虽具有离散性大，有许多不易控制的因素，但由于其能反映某一时间段的变化情况，而且具有标本收集、输送方便，适用于任何

年龄的人群等优点，被应用于各种分析研究中。电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 能同时测定多种金属元素含量，具有较高的灵敏度和较低的检出限，在痕量金属含量的测定方面具有较大优势。

本文采用岛津新品电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 结合微波消解前处理方法，测定了头发标准样品 GBW07601(GSH-1a) 中的 23 种金属元素含量。

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 HNO₃ 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

称取 0.2 g (精确至 0.0001 g) 试样于聚四氟乙烯微波消解罐中，加入 6 mL HNO₃，盖上消解罐盖，放入微波消解仪中按照表 1 程序消解。消解结束后冷却至室温，打开密闭消解罐，转移至 50 mL 烧杯中置于电热板上加热赶酸，待完成后，使用去离子水定容至 10 mL 容量瓶中，同时加入内标元素。同法制作样品空白。

表1 微波消解程序

阶段	升温时间/min	温度/℃	保持时间/min
1	10	120	10
3	10	180	30

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℃

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 2% HNO₃ 配制 As、Ba、Cd、Co、Cr、Mn、Mo、Ni、Pb 和 Se 的标准溶液 (含 10 μg/L 的内标 Ge、Sc、In 和 Bi)。配制浓度如表 2 所示。

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(μg/L)					
		Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
As*	75	μg/L	0.00	0.50	2.00	10.0	50.0
Ba*	138	μg/L	0.00	10.0	50.0	200	1000
Cd*	111	μg/L	0.00	0.50	2.00	10.0	50.0
Co*	59	μg/L	0.00	0.50	2.00	10.0	50.0
Cr*	52	μg/L	0.00	0.50	2.00	10.0	50.0
Mn*	55	μg/L	0.00	2.00	10.0	50.0	200
Mo*	95	μg/L	0.00	0.50	2.00	10.0	50.0
Ni*	60	μg/L	0.00	0.50	2.00	10.0	50.0
Pb*	208	μg/L	0.00	2.00	10.0	50.0	200
Se*	78	μg/L	0.00	2.00	10.0	50.0	200

注：*为使用氦气碰撞模式

使用 2% HNO₃ 配制 2% HNO₃ 的 Ce、Dy、Er、Eu、Gd、Ho、La、Lu、Pr、Sm、Tb、Tm 和 Yb 等稀土元素的标准溶液 (含 1 μg/L 的内标元素 Re 和 Rh)。配制浓度如表 3 所示。

表3 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)						
		Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Ce*	140	μg/L	0.00	0.02	0.10	0.25	2.00	10.00
Dy*	163	μg/L	0.00	0.02	0.10	0.25	2.00	10.00
Er*	166	μg/L	0.00	0.02	0.10	0.25	2.00	10.00
Eu*	153	μg/L	0.00	0.02	0.10	0.25	2.00	10.00
Gd*	157	μg/L	0.00	0.02	0.10	0.25	2.00	10.00
Ho*	165	μg/L	0.00	0.02	0.10	0.25	2.00	10.00
La*	139	μg/L	0.00	0.02	0.10	0.25	2.00	10.00
Lu*	175	μg/L	0.00	0.02	0.10	0.25	2.00	10.00
Pr*	141	μg/L	0.00	0.02	0.10	0.25	2.00	10.00
Sm*	147	μg/L	0.00	0.02	0.10	0.25	2.00	10.00
Tb*	159	μg/L	0.00	0.02	0.10	0.25	2.00	10.00
Tm*	169	μg/L	0.00	0.02	0.10	0.25	2.00	10.00
Yb*	172	μg/L	0.00	0.02	0.10	0.25	2.00	10.00

注：*为使用氦气碰撞模式

2.2 部分元素标准曲线如下:

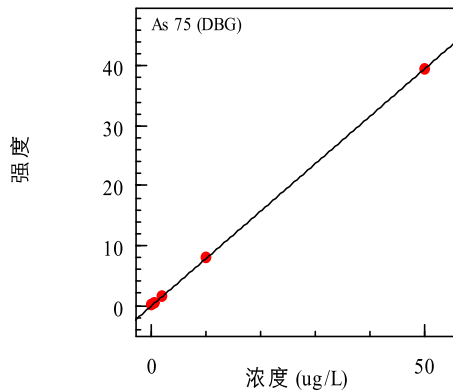


图1 As元素的标准曲线 $r=1.0000$

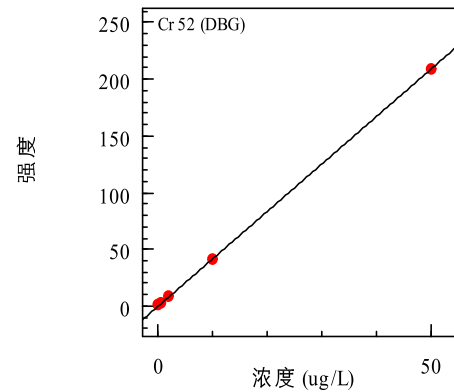


图2 Cr元素的标准曲线 $r=1.0000$

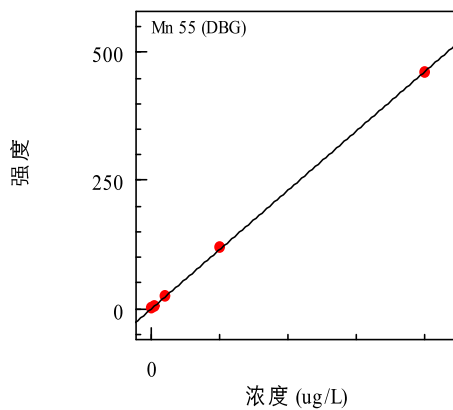


图3 Mn元素的标准曲线 $r=0.99998$

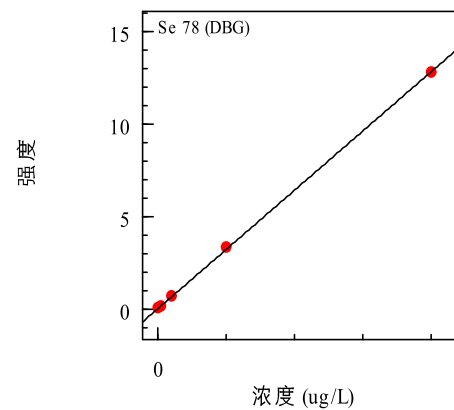


图4 Se元素的标准曲线 $r=0.99998$

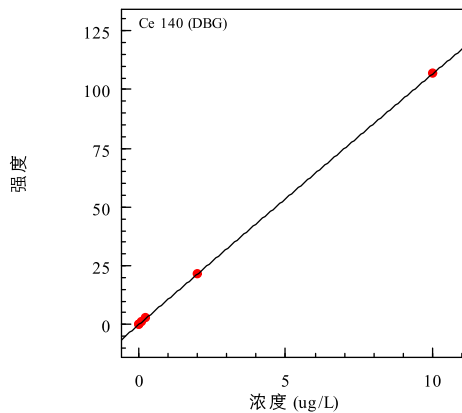


图5 Ce元素的标准曲线 $r=1.0000$

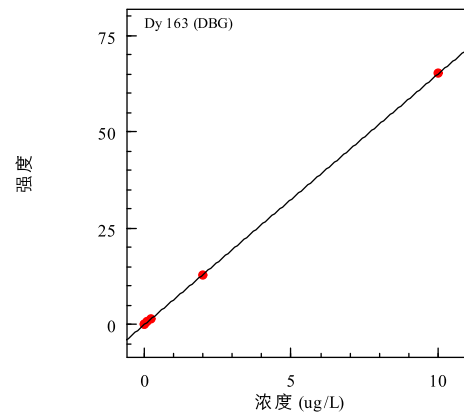


图6 Dy元素的标准曲线 $r=1.0000$

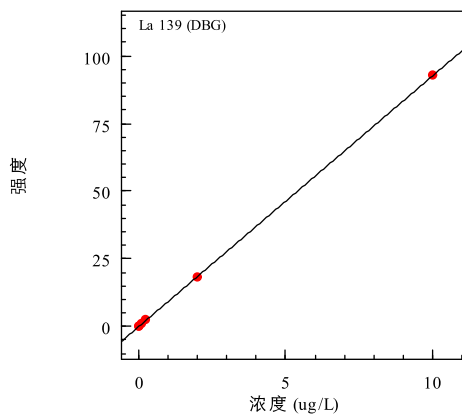


图7 La元素的标准曲线 $r=1.0000$

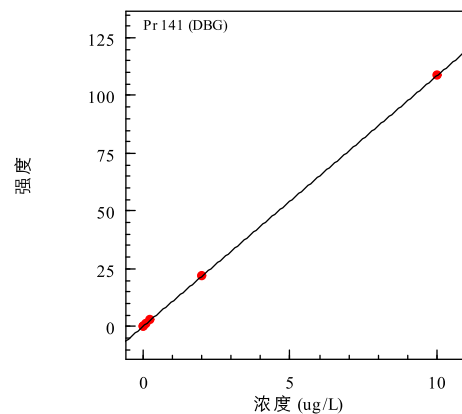


图8 Pr元素的标准曲线 $r=1.0000$

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。

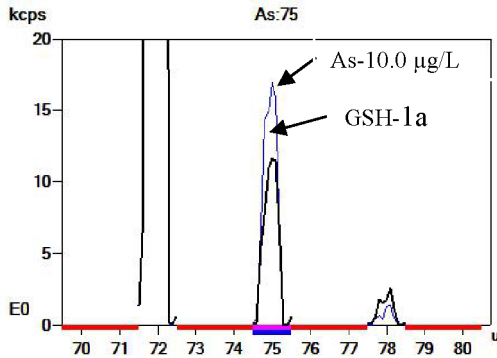


图9 As元素质量轮廓图

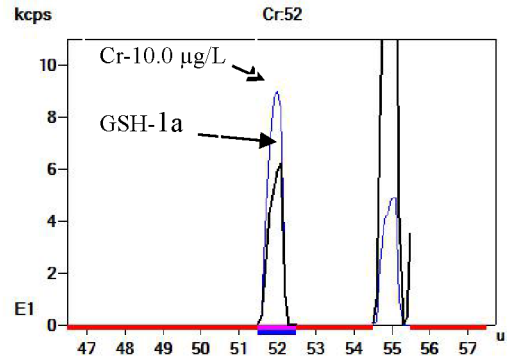


图10 Cr元素质量轮廓图

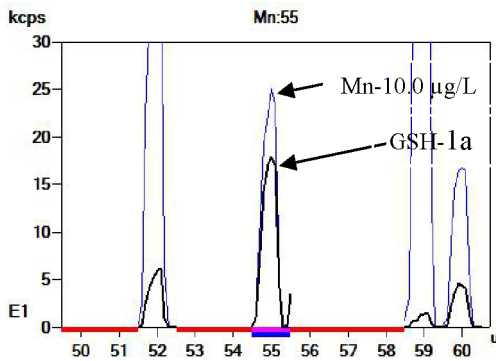


图11 Mn元素质量轮廓图

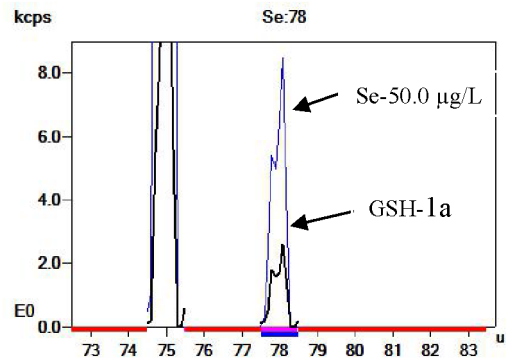


图12 Se元素质量轮廓图

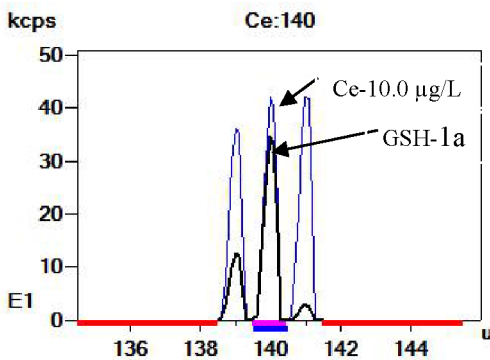


图13 Ce元素质量轮廓图

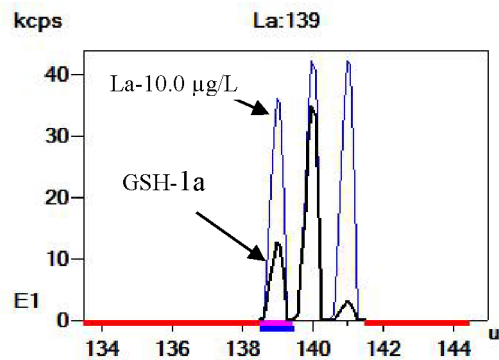


图14 La元素质量轮廓图

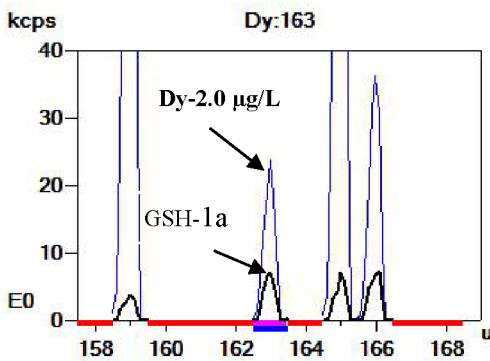


图15 Dy元素质量轮廓图

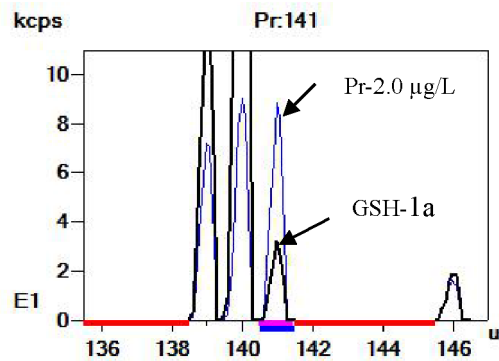


图16 Pr元素质量轮廓图

2.4 样品分析及检出限

使用 ICPMS-2030 直接测定人发成分分析标准物质 GBW07601(GSH-1a) 中的 23 种金属元素的含量。对样品空白的分析元素进行 11 次测定，计算各元素的方法检出限。实验结果见表 4。

表4 GBW07601 (GSH-1a) 分析结果

元素	校正内标	方法检出限 (ng/g)	标准值(μg/g)	测定结果(μg/g)	RSD(% (n=3))
As*	72Ge	4.38	0.28±0.05	0.319	1.52
Ba*	115In	2.08	11.4±0.6	10.9	0.13
Cd*	115In	2.66	0.07±0.01	0.0742	0.65
Co*	45Sc	3.19	0.045±0.009	0.0512	2.60
Cr*	45Sc	19.86	0.41±0.12	0.360	2.92
Mn*	45Sc	9.25	2.0±0.3	1.94	0.34
Mo*	115In	6.38	0.17±0.03	0.163	0.34
Ni*	45Sc	5.23	0.43±0.12	0.435	1.36
Pb*	209Bi	2.51	5.7±0.5	5.53	0.92
Se*	72Ge	7.97	0.58±0.12	0.530	4.34
Ce*	103Rh	0.115	(350)	350	1.56
Dy*	185Re	0.040	20±9	21.0	0.21
Er*	185Re	0.022	14±5	14.4	1.13
Eu*	185Re	0.017	3.7±1.1	2.60	3.04
Gd*	185Re	0.047	(20±5)	18.3	0.64
Ho*	185Re	0.005	4.6±1.8	4.82	0.58
La*	103Rh	0.068	160±40	144	1.92
Lu*	185Re	0.015	(2.8)	2.10	1.60
Pr*	103Rh	0.022	(25±5)	26.4	2.12
Sm*	103Rh	0.073	(19±6)	16.6	1.32
Tb*	185Re	0.004	3.3±0.9	3.23	1.43
Tm*	185Re	0.007	2.1±0.7	2.13	2.92
Yb*	185Re	0.034	15±6	13.7	0.35

注：*为使用氦气碰撞模式，“±”后的数据为不确定度，括号内的数值为参考值

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发成分分析标准样品 GBW07601(GSH-1a) 中的 As、Ba、Cr 和 Pb 等 23 种金属元素含量，分析结果与标准值吻合。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，可行度高等特点，线性范围宽，适于人发样品的中金属元素测定。