

ICP-MS 测定全血中与身体健康相关元素的含量

ICPMS-200

摘要：全血样品稀释 20 倍，直接利用岛津 ICPMS-2030 系列测定样品中 19 种与身体健康相关元素的含量。分析结果显示，样品加标回收率为 90.5%-109%，稀释比率为 94.7%-107%；仪器精密度 RSD 小于 2.5% (n=10)，长期稳定性相对极差小于 10% (4 h)。该方法前处理简单污染少，样品消耗量少，准确度高，分析速度快，可实现临床批量样品中微量及痕量元素的同时分析。

关键词：ICP-MS 全血 元素

技术特点：

- ❖ 全血样品直接稀释后测样，避免复杂前处理过程引起的污染和损失，且节约人工和时间成本。
- ❖ 样本消耗量少，可实现临床批量样品中微量和痕量元素的同时分析。

元素是维持人体正常代谢和生命活动的重要物质，在体内成为某些酶、激素等的组成部分，也是反映人体营养状况的重要指标，元素的缺失和富集可以引起多种疾病。血液是常见的生物体液，是一种复杂的液体混和物，其主要成分是水、蛋白质、葡萄糖、矿物质和红白血细胞等。同时，临床血液样本量少且样本多。因此，如何快速、准确、简便的检测批量全血中多种微量和痕量元素的含量是亟待解决的问题。

ICP-MS 技术不但可以检测复杂基体中微量元素

的含量，同时因其极高的仪器灵敏度，可同时检测样品中的痕量元素，因此，ICP-MS 技术成为血液样品中微量和痕量元素同时分析的理想工具。

本文采用 (0.2% HNO₃+1 mg/L Au +0.05% Triton-100) 混合稀释液将全血样品稀释 20 倍后，直接利用岛津 ICPMS-2030 系列测定了样品中 Fe、Ca、Mg、Se、Hg、Pb 等 19 种元素的含量。该方法简单、快速、准确度高。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪。

1.2 分析条件

ICP-MS 仪器分析条件见表 1 所示。

表 1 ICP-MS 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	雾化室温度	5°C
采样锥	铜锥	截取锥	镍锥
采样深度	6.0 mm	泵速	10 rpm
碰撞气体	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-60 V	能量过滤器电压	7.0 V

1.3 样品前处理

全血样品采用 (0.2% HNO₃+1 mg/L Au+0.05%Triton-100) 混合稀释液稀释 20 倍后直接上机测试。同时制备样品空白。

■ 结果与讨论

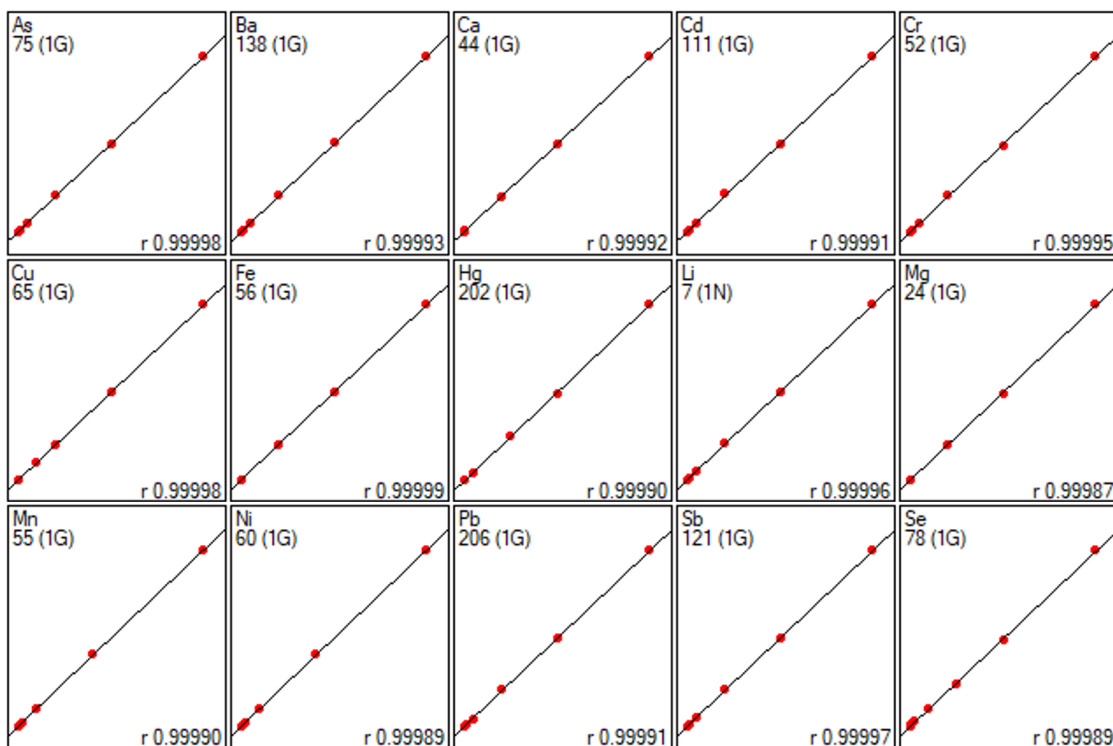
2.1 标准曲线

使用 (0.2% HNO₃+1 mg/L Au+0.05%Triton-100) 混合稀释液配制混合标准溶液, 标准溶液浓度如表 2 所示。利用 (10% 异丙醇 +0.2% 硝酸) 稀释液配制混合内标元素溶液, 内标元素 Be、Sc 和 Ge 的浓度为 2000 μg/L, In、Y 和 Bi 的浓度为 1000 μg/L, 在线加入。标准曲线如图 1 所示。

表 2 标准曲线溶液浓度系列

分析元素	标准溶液浓度 (μg/L)								
	STD0	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7	STD8
As/Ba/Cd/Cr/Li/Mn/ Ni/Pb/Sb/Sn/Sr/Tl	0	0.10	0.50	2.00	5.00	10.0	--	--	--
Se	0	0.10	0.50	2.00	5.00	10.0	20.0	--	--
Cu	0	--	--	--	--	10.0	20.0	50.0	100
Zn	0	--	--	--	--	10.0	20.0	250	500
Ca*/Mg*	0	--	--	--	--	--	1.00	2.50	5.00
Fe*	0	--	--	--	--	--	8.00	20.0	40.0
Hg	0	0.10	0.50	1.00	2.00	--	--	--	--

备注：* 元素浓度单位为 mg/L。



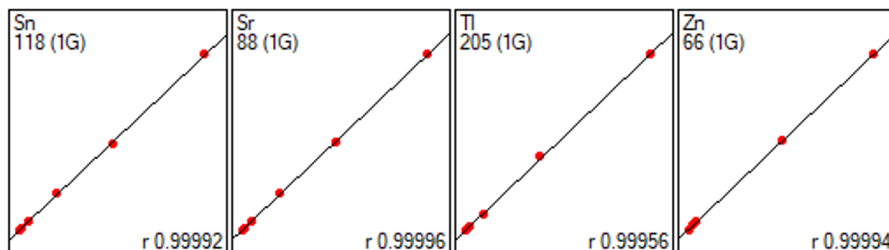


图 1 元素标准曲线

2.2 检出限考察

按照实验方法，对方法空白溶液重复测定 10 次，取强度标准偏差的 3 倍除以曲线斜率求得各元素的检出限，根据稀释倍数计算方法检出限，如表 3 所示。

表 3 方法检出限 (µg/L)

分析元素	检出限	分析元素	检出限	分析元素	检出限	分析元素	检出限
⁷⁵ As	0.2	⁶³ Cu	1.4	⁵⁵ Mn	0.1	¹¹⁸ Sn	0.07
¹³⁸ Ba	0.2	⁵⁶ Fe	30	⁶⁰ Ni	0.6	⁸⁸ Sr	0.2
⁴⁴ Ca	100	²⁰² Hg	0.3	²⁰⁶ Pb	0.3	²⁰⁵ Tl	0.07
¹¹¹ Cd	0.2	⁷ Li*	0.2	¹²¹ Sb	0.09	⁶⁶ Zn	0.9
⁵² Cr	0.5	²⁴ Mg	7	⁷⁸ Se	0.2		

备注：* 代表无碰撞模式

2.3 样品分析结果及准确度考察

使用 ICPMS-2030 系列测定牛全血中元素含量，并对痕量元素进行样品加标回收率实验，对含量较高的微量元素采用稀释法进行准确度考察。实验结果见表 4 所示，样品加标回收率在 90.5%-109% 范围内，不同倍数稀释比率在 94.7%-107% 之间。

表 4 样品加标回收率

分析元素	内标元素	测试值 (µg/L)	RSD (% , n=9)	样品浓度 (µg/L)	加标量 (µg/L)	稀释倍数	加标回收率 (%)	稀释比率 (%)
⁷⁵ As	⁷⁴ Ge	0.027	8.31	0.54	1.50	--	109	--
¹³⁸ Ba	¹¹⁵ In	3.42	1.32	68.4	1.50	--	90.9	--
⁴⁴ Ca*	⁴⁵ Sc	3.07	0.33	61.4	--	2.5/5	--	102/107
¹¹¹ Cd	¹¹⁵ In	N.D.	--	--	1.50	--	95.2	--
⁵² Cr	⁴⁵ Sc	0.20	5.98	4.00	1.50	--	92.8	--
⁶³ Cu	⁷⁴ Ge	53.9	0.70	1078	--	2.5/5	--	99.8/99.8
⁵⁶ Fe*	⁷⁴ Ge	13.3	1.56	266	15.0	2.5/5	108	98.5/99.7
²⁰² Hg	²⁰⁹ Bi	N.D.	--	--	1.00	--	108	--
⁷ Li	⁹ Be	0.23	4.43	4.60	1.50	--	104	--
²⁴ Mg*	⁴⁵ Sc	1.27	1.57	25.4	--	2.5/5	--	102/104
⁵⁵ Mn	⁷⁴ Ge	1.28	2.26	25.6	1.50	--	96.3	--
⁶⁰ Ni	⁷⁴ Ge	0.17	5.78	3.40	1.50	--	90.5	--

²⁰⁶ Pb	²⁰⁹ Bi	0.28	6.97	5.60	1.50	--	97.0	--
¹²¹ Sb	¹¹⁵ In	1.11	2.38	22.2	1.50	--	98.1	--
⁷⁸ Se	⁷⁴ Ge	9.41	0.16	188	1.50	--	94.6	--
¹¹⁸ Sn	¹¹⁵ In	0.46	0.91	9.20	1.50	--	98.3	--
⁸⁸ Sr	⁸⁹ Y	2.32	0.74	46.4	1.50	--	96.3	--
²⁰⁵ Tl	²⁰⁹ Bi	N.D.	--	--	1.50	--	101	--
⁶⁶ Zn	⁷⁴ Ge	83.1	0.49	1662	--	2.5/5	--	96.1/94.7

注：N.D. 表示未检出；* 元素浓度单位为 mg/L。

2.4 精密度考察

按照实验方法，对加标后全血基质样品平行测定 10 次，求出各元素的方法精密度，如表 5 所示，各元素的 RSD 值小于 2.5%，精密度良好。

表 5 精密度实验

分析元素	RSD (%, n=10)	分析元素	RSD (%, n=10)	分析元素	RSD (%, n=10)	分析元素	RSD (%, n=10)
⁷⁵ As	1.49	⁶³ Cu	1.08	⁵⁵ Mn	2.04	¹¹⁸ Sn	1.91
¹³⁸ Ba	1.23	⁵⁶ Fe	1.31	⁶⁰ Ni	1.43	⁸⁸ Sr	1.00
⁴⁴ Ca	1.19	²⁰² Hg	1.44	²⁰⁶ Pb	2.33	²⁰⁵ Tl	1.81
¹¹¹ Cd	2.18	⁷ Li*	1.44	¹²¹ Sb	1.29	⁶⁶ Zn	0.82
⁵² Cr	0.83	²⁴ Mg	1.90	⁷⁸ Se	0.96		

2.5 稳定性考察

按照实验方法，采用稀释液将牛全血样本稀释 20 倍，并在稀释液中添加 15.0 mg/L 的 Fe 和 1.00 μg/L 的 Hg 标准溶液，利用 ICP-MS 分析 Fe、Se 和 Hg 元素。稀释样品溶液连续进样 4 小时，期间无溶剂清洗，每间隔 30 min 检测 1 次，4 个小时共得到 9 次离子计数，计算 9 次检测结果的最大值与最小值之差与均值的相对极差。结果如表 6 所示，微量元素 Fe (28.7 mg/L) 和 Se (9.57 μg/L) 离子计数相对极差都小于 4%；痕量元素 Hg (1.00 μg/L) 离子计数相对极差小于 10%。

表 6 相对极差 (4h)

元素	Fe	Se	Hg
离子计数相对极差 (%)	3.20	3.44	8.44

计算每次测定结果与平均值的比值，绘制 4h 长期稳定曲线如图 2 所示，微量和痕量元素 4 h 分析结果稳定在 5% 之内。

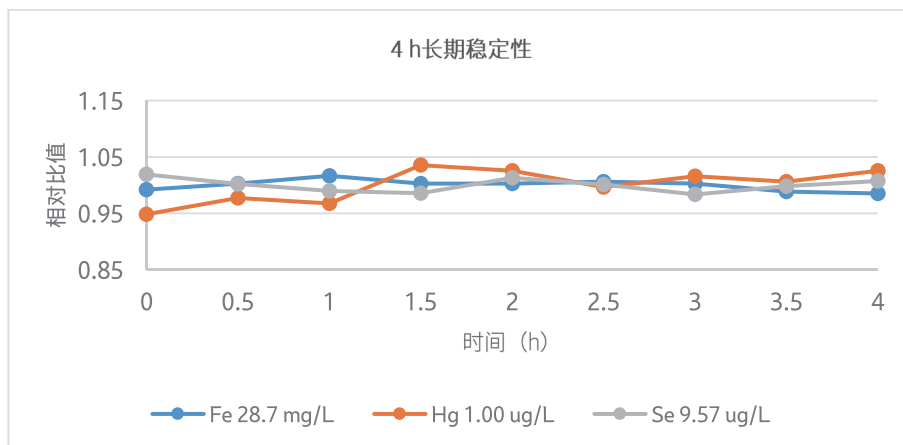


图 2 牛全血样品 4 小时稳定变化图

■ 结论

使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定了全血中 19 种与身体健康相关元素的含量。该方法前处理简单污染少,样本消耗量少,准确度高,分析速度快,可实现临床批量样品中微量及痕量元素的同時分析。

岛津应用云

