

## 血浆中金属元素的 ICP-MS 测定

### 1 实验部分

#### 1.1 仪器与试剂

OptiMass 9500 型电感耦合等离子体飞行时间质谱仪；超纯水仪；烘箱；  
聚四氟乙烯消解罐，涡旋混合器，冰箱。

Mn、Fe、Cu、Zn、Ca、Mg、Al 元素标准溶液 ( 1000mg/L )，采用 1%  
硝酸溶液稀释至所需浓度；硝酸，双氧水均为优级纯；实验用水均为超纯水，高  
纯氩气。

#### 1.2 仪器条件

表 1 仪器条件

Cal Curve Type	Linear Least Squares
Sample Introduction	Manual
SmartGate Ranges	( 11-23 ) , ( 30-41.5 )
Acquisition Time	5
Replicates	3
Sample Intro Time	30
Sample Pump Speed	10
Flush Pump Speed	30
Flush Time	10
Rinse Time	10
Rinse Pump Speed	10
Torch X position (mm)	6.8
Torch Y position (mm)	0
Torch Z position (mm)	-0.2
Gasbox nebulizer flow (l/min)	0.86
Gasbox plasma flow (l/min)	10
Gasbox auxiliary flow (l/min)	0.5
Generator set power (W)	1200
Skimmer (V)	-1500
Extraction (V)	-1300
Z1 (V)	-500
Y Mean (V)	-100
Y Deflection (V)	0
Z Lens Mean (V)	-1000
Z Lens Deflection (V)	-20
Lens Body (V)	-150
Fill (V)	-30
Fill Bias (V)	0
Fill Grid (V)	-13
Pushout Grid (V)	-380
Pushout Plate (V)	650
Blanker (V)	150
Reflectron (V)	750
Multiplier Gain (V)	2800
Detector Time C0 Work (ns)	-828.084
Detector Time C1 Work	2004.83
Blanker Time C0 (ns)	158.339
Blanker Time C1	247.582

### 1.3 标准溶液的配制

分别取适量 1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  Mn、Fe、Cu、Zn、Ca、Mg、Al 元素单标溶液于 50mL 容量瓶中，用 1% 硝酸溶液定容至刻度，摇匀配成所需浓度的混合标准中间溶液，准确量取适量的混合标准中间溶液于 50mL 容量瓶中，用 1% 硝酸溶液定容至刻度稀释至所需浓度摇匀备用。

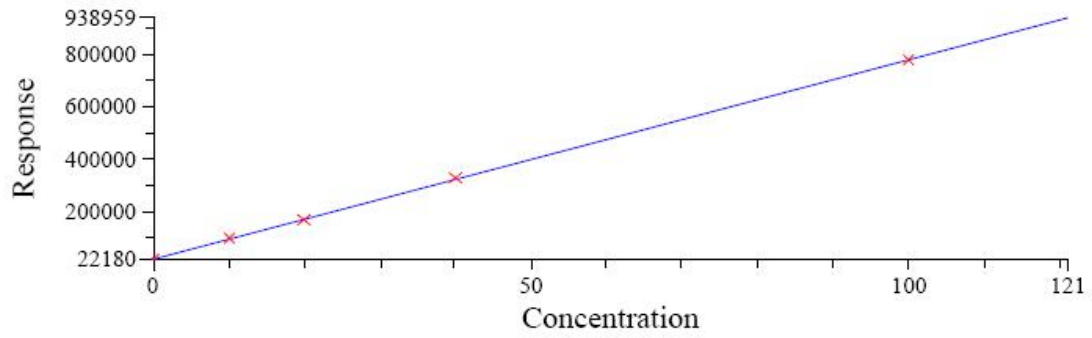
#### **1.4 样品处理**

从冰箱中取出冷冻血浆样品，解冻后用涡旋混合器混匀 30s，移取血浆样品 0.2ml 于聚四氟乙烯消解罐中，向消解罐中加入 0.3ml 硝酸、0.3ml  $\text{H}_2\text{O}_2$ ，然后置于 130 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中高温消解 2h，取出后冷却至室温，超纯水定容至 5ml，混匀，待测。

## **2 实验结果**

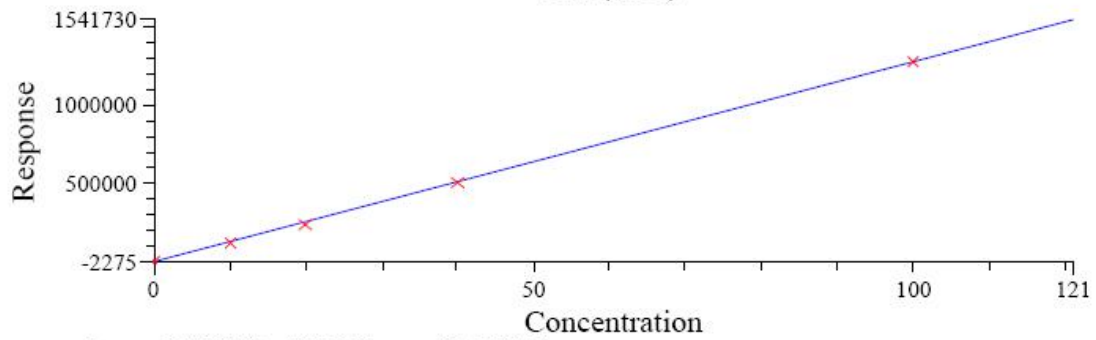
### **2.1 标准曲线**

Al (M27)



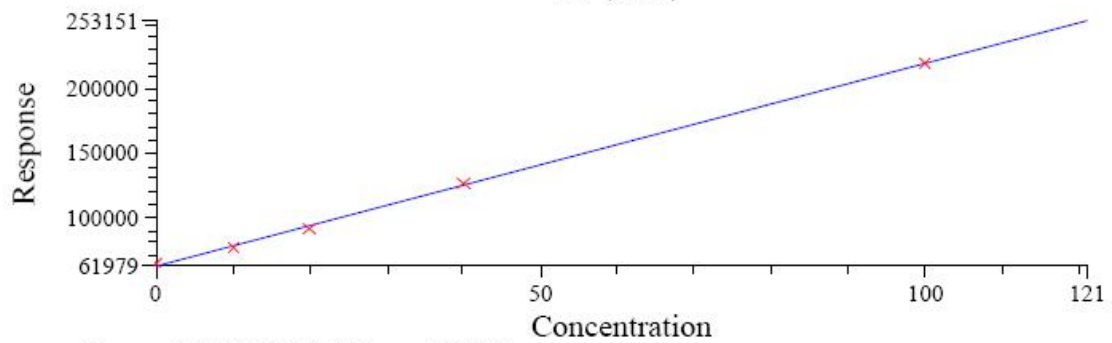
Conc = 0.000131984 \* Resp - 2.92745  
R<sup>2</sup> = 0.999836      Max Error = 0.768843

Mn (M55)

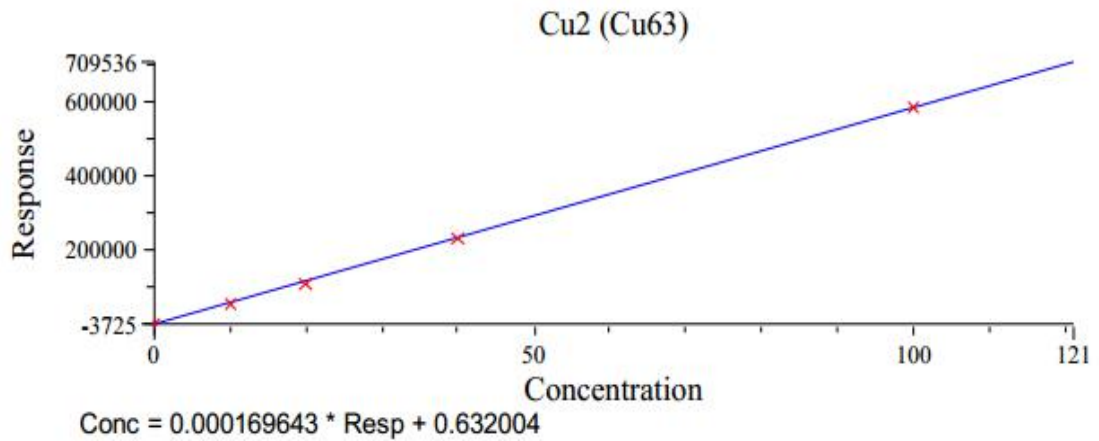
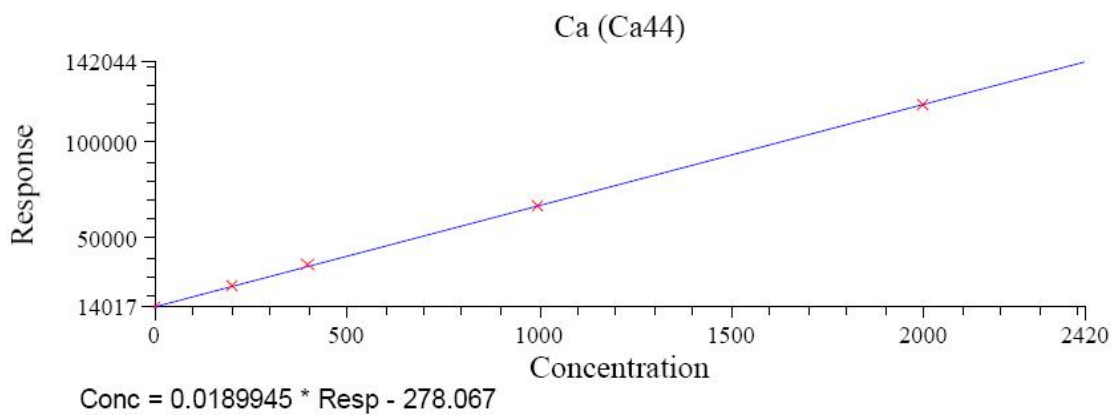
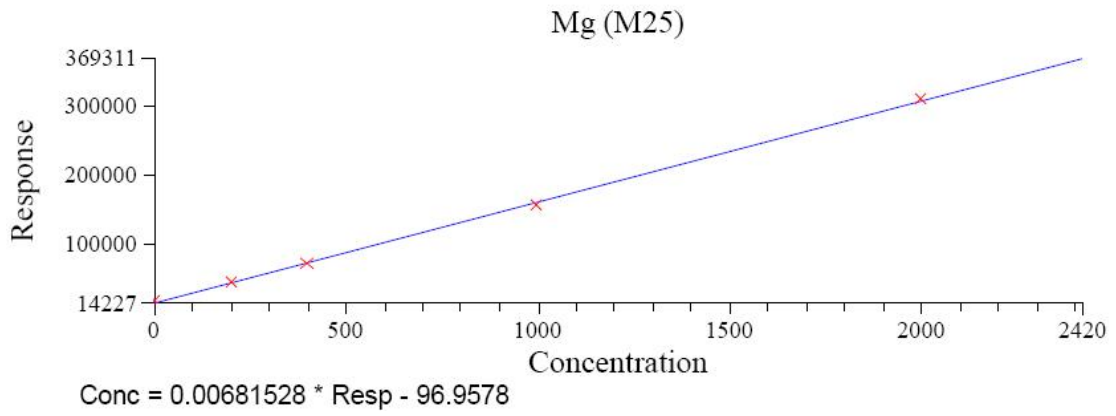


Conc = 7.83676e-005 \* Resp + 0.178303  
R<sup>2</sup> = 0.999686      Max Error = 1.069106

Fe (M57)



Conc = 0.000632938 \* Resp - 39.229  
R<sup>2</sup> = 0.999257      Max Error = 1.235829



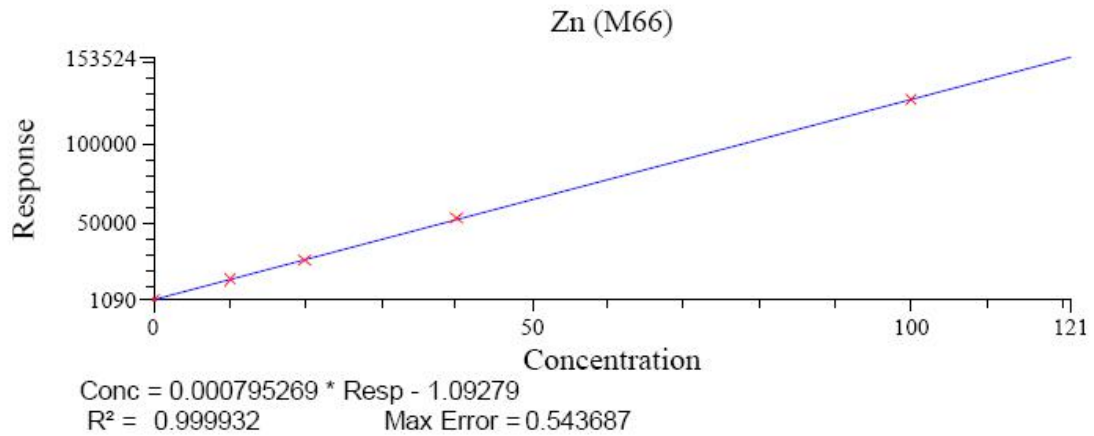


表 3 元素的线性方程和相关系数

序号	元素	线性回归方程	线性相关系数	检测限 μg/L
1	Mn	Conc = 7.83676e-005 * Resp + 0.178303	0.99969	0.017
2	Fe	Conc = 0.000632938 * Resp - 39.229	0.99926	1.56
3	Cu	Conc = 0.000370105 * Resp + 0.172597	0.99972	0.02
4	Ca	Conc = 0.0189945 * Resp - 278.067	0.999856	10.36
5	Mg	Conc = 0.00681528 * Resp - 96.9578	0.999572	10.68
6	Zn	Conc = 0.000795269 * Resp - 1.09279	0.99993	0.018
7	Al	Conc = 0.000131984 * Resp - 2.92745	0.99984	0.12

表 4 样品测定结果

元素 样品	Mg ( $\mu\text{g/mL}$ )	Al ( $\text{ng/mL}$ )	Ca ( $\mu\text{g/mL}$ )	Mn ( $\text{ng/mL}$ )	Fe ( $\text{ng/mL}$ )	Cu ( $\text{ng/mL}$ )	Zn ( $\text{ng/mL}$ )
血样 1	14.56	1061.68	74.40	220.41	1146.79	688.94	437.40
血样 2	14.03	1751.19	71.25	21.39	1294.57	524.61	454.33
血样 3	16.04	1229.12	79.52	43.45	938.00	645.45	399.92
血样 4	12.61	1061.66	59.57	7.09	298.72	400.88	379.67
血样 5	11.98	301.30	59.62	33.52	303.14	408.07	350.15