

使用 Hansel iQuad 2300 ICP-MS 快速可靠的分析尿液中的铊元素

作者 黄泽超 衡昇质谱（北京）仪器有限公司

使用 STD 模式对尿液中的铊元素定量分析



前言

铊（Tl）是一种稀少而分布广泛的金属元素，主要以化合物的形式存在于自然界中。然而，铊的毒性极大，对人体健康构成严重威胁。尿液作为人体排泄物之一，其成分能够反映人体内各种物质的代谢情况，包括有毒元素的摄入和排泄。因此，尿液中铊元素的测定对于评估人体铊暴露水平、诊断铊中毒以及制定相应的治疗措施具有重要意义。

目前，尿液中铊元素的测定方法多种多样，主要包括原子吸收光谱法（AAS）、电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）等。这些方法各具特点，其中 ICP-MS 法则具有多元素同时分析、检测限低等优势。随着科学技术的不断进步，新的测定方法和技术不断涌现满足不同的测试需求。本文重点介绍了 Hansel iQuad 2300 ICP-MS 用直接稀释法测试尿液中的铊元素，可以快速、准确、有效的测定尿液中的铊元素。

实验部分

样品和试剂

所使用样品来自客户提供

用硝酸（≥ 65%，Sigma-Aldrich）进行微波消解和标准品/样品前处理。使用 18.2 MΩ·cm（Millipore, Bedford, MA, USA）去离子水（DIW）进行所有稀释。

标样

使中国计量科学研究院研制的铊元素标液，以 2% 的硝酸为介质标样单独配制。

使用 2 % (v/v) 硝酸溶液由衡昇混合内标制得含 Rh、In、Te、Bi、Re、Pr 的内标（ISTD）溶液。

样品前处理

采集 48 小时内的新鲜尿样贮存于自然风干聚乙烯瓶中（使用前将聚乙烯瓶用 20% 硝酸浸泡过夜），每 20ml 样品用 0.1ml 硝酸酸化后储存于 4℃ 冰箱，待使用。

使用前将尿样摇匀，取 0.5ml 尿样置 50ml 容量瓶内，用 2% 硝酸稀释至刻度摇匀，同时做试剂方法空白。

仪器

iQuad 2300 ICP-MS：全数字频率调谐四极杆驱动技术，耐温湿变化的四极杆质量分析器，七通阀快速进样系统再度升级、带轴向加速功能六极杆碰撞/反应池功能的进一步开发、电脑软件一键启动功能的再次优化和全新的手机端控制软件的推出等技术。

使用 ICP-MS 软件内的自动调谐功能对 ICP-MS 进行优化。所用仪器运行条件及各元素电子稀释倍数如表 1 所示。

表 1. 2300 ICP-MS 运行条件

参数	设置
RF 功率 (W)	1400
采样深度 (mm)	1
雾化器气体 (L/min)	1.11
雾化器	玻璃同心雾化器
雾室	玻璃旋流雾室
测量模式	STD 模式

表 2. 电子稀释倍数

元素名称	电子稀释倍数
Tl	-0.1

结果与讨论

校准曲线、检测限 (DL) 和方法 DL

图 1 显示了 ²⁰⁵Tl 元素线性校准曲线。表 3 列出了空白重复分析 (n = 12) 得到的 外标法 DL (MDL) 和定量限 (MLOQ)。

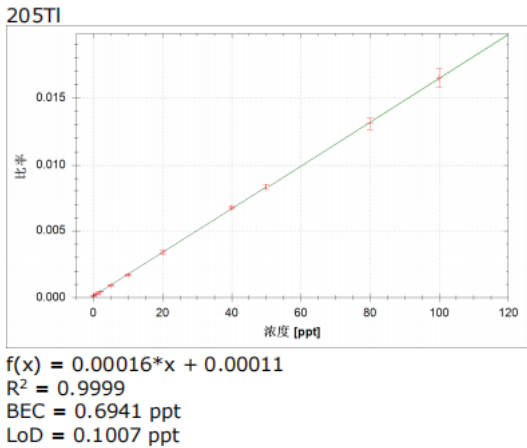


图 1 ²⁰⁵Tl 的校准曲线

表 3. DL、BEC、MDL 和方法 测定下限

	分析 (溶液中)		方法检出限 (样品中)	
	DL (ng/L)	BEC (ng/L)	MDL (ng/L)	LOQ(ng/L)
205Tl	0.0841	0.6941	9	27

ISTD 回收率测试

在 4 个小时的整个 ISTD 回收率测试中，分析了 120 份溶液。如图 2 所示，所有四种内标的所有 ISTD 回收率测量结果均处于 ±20% 限值范围内。结果表明 2300 ICP-MS 具有优异的稳定性和基质耐受性。分析序列中不存在显著的 信号漂移，ISTD 元素的信号不存在发 散。另外，分析序列中未出现大量基质沉积在接口上的现象。

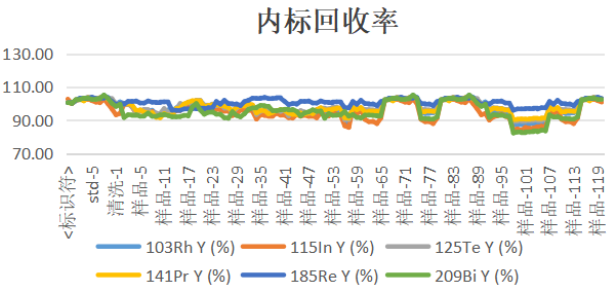


图 2. 4 小时运行期间总共测量了 120 份溶液分析过程中的 ISTD 稳定性。所有 样品的 ISTD 回收率均根据校准空白进行归一化

重复性

由于没有特定的标准和要求对尿液的测定，在使用 2300 ICP-MS 在 STD 运行模式下 测量尿液元素。为了考察仪器性能，表 4 显示重复性、短期稳定性和长期稳定性的 RSD

表 4. 现有CRM 中包含的 13 种元素的平均回收率数据

	未稀释尿样 (ng/L)	重复性 (RSD,n=6)	短稳 (RSD,n=20)	短稳 (RSD,n=60)
Tl	399	0.8	2.0	2.8

加标回收率测试

为检查该方法在实际样品分析中的准确度，对尿液进行高、中、低三浓度加标回收率测试，如表 5 所列。各种浓度下所有元素的回收率处于 92.9% - 102.8% 范围内，表明 2300 ICP-MS 能够以良好的准确度分析尿液中的铊元素。

表 5. 各种浓度下铊元素的回收率

	加标量(ng/L)			加标回收率 (%)		
	A	B	C	A	B	C
Tl	3	6	9	98.3	92.9	102.8

结论

采用 iQuad2300 建立的分析方法，已成功应用于尿液样本的常规分析流程中。此方法适用于需处理大量样本的分析实验室。检出限完全符合分析需求。iQuad2300 本身的卓越性能，以及它对高基质样品进行连续分析时的出色耐受能力。赋予了该系统所需的基质耐受性。

此外，结合快速且简便的样品制备流程，此方法为常规临床实验室的尿液样本分析提供了一种既迅速又准确的分析手段。

参考文献

1. 实验室内部 sop

www.hansel-inst.com
衡昇质谱 (北京) 仪器有限公司

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。