thermoscientific

iCAP RQ ICPMS搭载快速进样系统测定全血中的微量元素

王其枫 荆淼
赛默飞世尔科技（中国）有限公司，上海 100000

AN_20051_TEAICPMS

关键词

ICPMS，快速进样阀，全血，微量元素

摘要

本文采用iCAP RQ ICPMS 搭载Teledyne CETAC ASXpress+快速进样阀自动进样系统分析了全血中7种微量元素，可以实现40s内完成分析一个样品，且样品结果均落在质控范围内，该快速进样系统可以大大提高ICPMS在临床分析中的工作效率。

实验方法

1.1 仪器与试剂

1.1.1 iCAP RQ ICPMS (Thermo Scientific)

1.1.2 ASX-560 autosample with ASXpress+ Rapid Sample Introduction System（Teledyne CETAC Technologies）

1.1.3 0.1%V/V稀硝酸（Fisher）

1.1.4 0.1%V/V曲拉通X-100（Sigma）

1.1.5 元素标准溶液 （Inorgainic, SPEX）

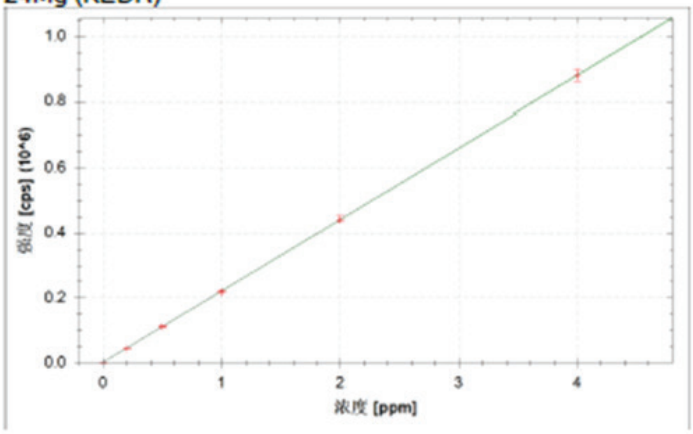
1.2 标准曲线

以0.1%HNO_3 +0.1%曲拉通X-100溶液配置多元素标准曲线，曲线浓度如下表1：

	Mg	Ca	Mn	Fe	Cu	Zn	Pb
1	0	0	0	0	0	0	0
2	0.2 mg/L	0.4 mg/L	0.25μg/L	2mg/L	3.0μg/L	0.02 mg/L	0.5μg/L
3	0.5 mg/L	1.0 mg/L	0.5μg/L	5 mg/L	15.0μg/L	0.05 mg/L	2.5μg/L
4	1.0 mg/L	2.0 mg/L	1.0μg/L	10 mg/L	30μg/L	0.1 mg/L	5.0μg/L
5	2.0 mg/L	4.0 mg/L	2.0μg/L	20 mg/L	150μg/L	0.5 mg/L	25.0μg/L
6	4.0 mg/L	8.0 mg/L	4.0μg/L	40 mg/L	300μg/L	1.0 mg/L	50μg/L

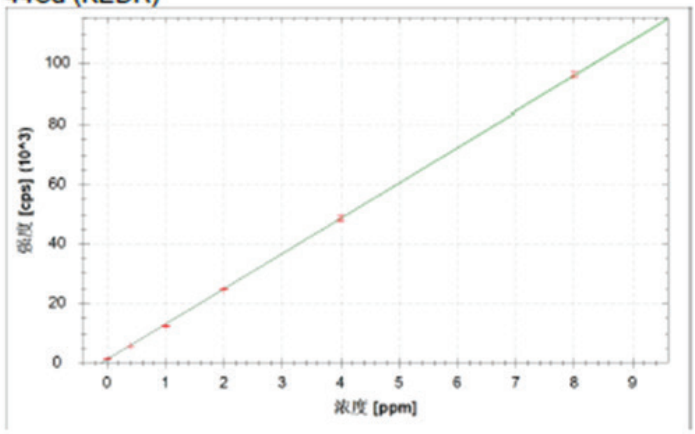
Thermo Fisher SCIENTIFIC

24Mg (KEDR)



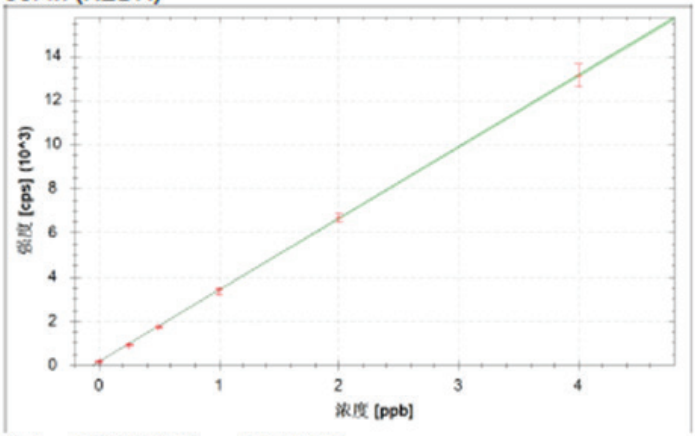
f(x) = 219733.6293*x + 2407.9109
R^2 = 1.0000
BEC = 0.011 ppm
LoD = 0.0005 ppm

44Ca (KEDR)



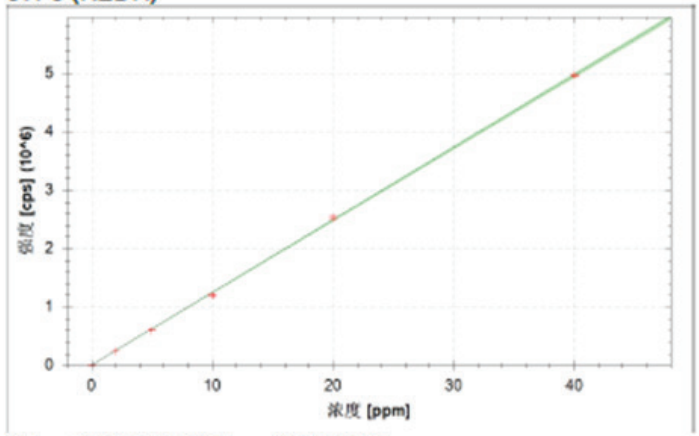
f(x) = 11840.3788*x + 1224.4501
R^2 = 0.9999
BEC = 0.103 ppm
LoD = 0.0349 ppm

55Mn (KEDR)



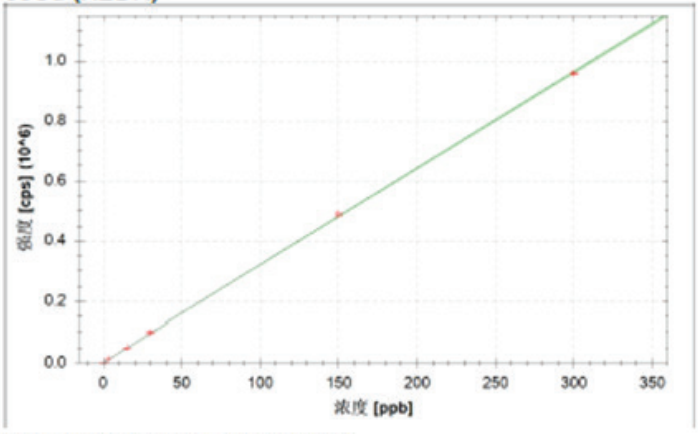
f(x) = 3239.3652*x + 175.1973
R^2 = 0.9998
BEC = 0.054 ppb
LoD = 0.0407 ppb

57Fe (KEDR)



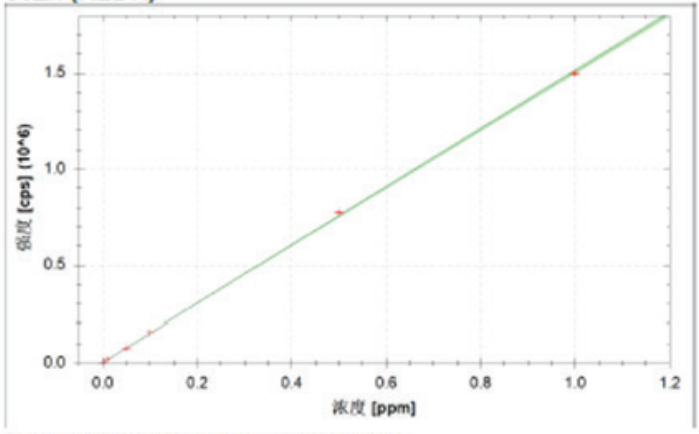
f(x) = 124195.9403*x + 6972.2389
R^2 = 0.9997
BEC = 0.056 ppm
LoD = 0.0100 ppm

65Cu (KEDR)

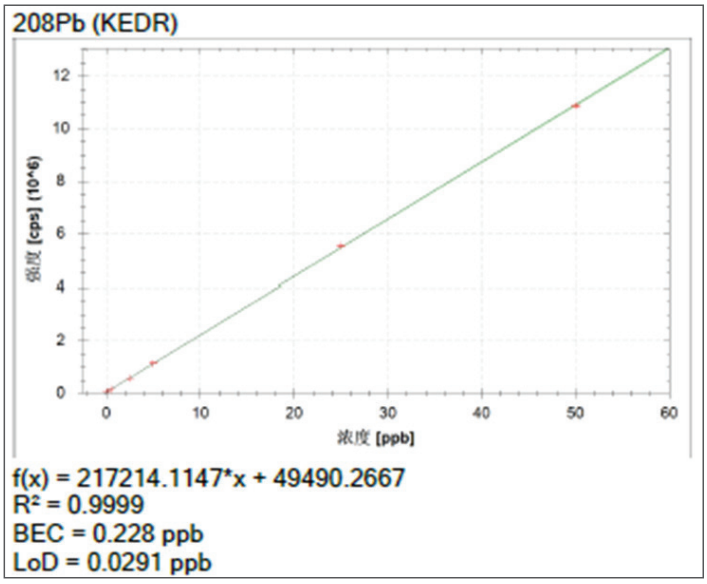


f(x) = 3207.8500*x + 977.6030
R^2 = 0.9999
BEC = 0.305 ppb
LoD = 0.0089 ppb

66Zn (KEDR)



f(x) = 1507629.0642*x + 1067.7604
R^2 = 0.9997
BEC = 0.001 ppm
LoD = 0.0001 ppm



1.3 ICPMS条件参数

采用T hermo Scientific iCAP RQ ICP-MS 进行所有测试。所用的进样系统包括标准的Peltier冷却石英漩流雾室、玻璃同心雾化器和可拆卸石英炬管（2.5 mm 内径，石英中心管）。标准的镍采样锥和截取锥。仪器使用纯氦作为碰撞气体，以单一动能歧视（KED）碰撞池模式运行。ICPMS仪器参数如 下表2：

Parameter	Value	Parameter	Value
Analyzer Pressure Readback (mbar)	5E-07	Plasma Power (W)	1550
Spray Chamber Temperature (°C)	2	Auxilliary Flow (L/min)	0.80
Cool Flow (L/min)	14	Nebulizer Flow (L/min)	1.01
Peristaltic Pump Speed (rpm)	40.0	Torch Vertical Position	-0.8
Q Cell gas (mL/min)	4.3	KED	3
Insert size	4.5mm	Operating Mode	KEDR

1.4 ICPMS自动进样器及快速进样阀的参数优化

ICPMS RQ配置了Teledyne CETAC公司的ASX-560自动进样器以及ASXpress+快速进样阀，该快速进样阀采用6通阀设计，真空泵快速抽样进样，实现ICPMS进样的同时清洗管路，实现快速进样，快速进样阀的工作原理示意图如下：

ASXpress+快速进样装置

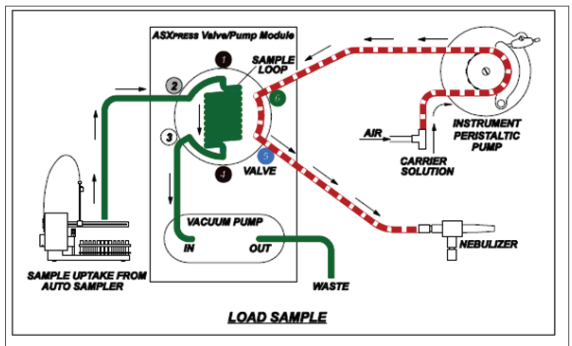


Figure 1-1 "Load Sample" Cycle Diagram

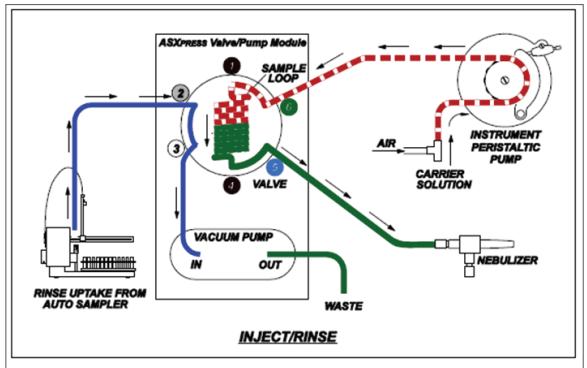


Figure 1-2 "Inject/Rinse" Cycle Diagram

经过优化ASX-560自动进样器和ASXpress+快速进样阀的参数后，可以实现单个样品40s内完成分析，ASX-560自动进样器和ASX-press+快速进样阀的参数见下表3和表4：

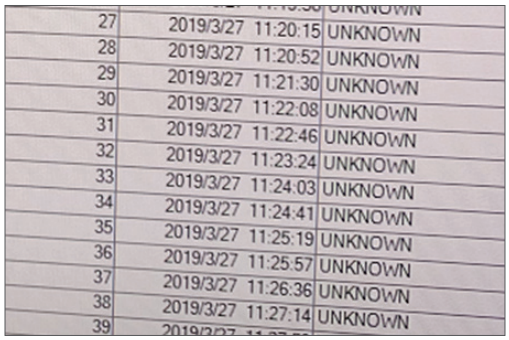
表3：ASX-560 自动进样器参数设置

提升时间	6s	冲洗时间	0s	使用快泵提升和冲洗	是
快速清洗稳定时间	0s	快速提升稳定时间	10s		

表4：ASXpress+ 快速进样阀参数设置

Evacuation Setting					
Extra Loop Rinse	True	Loop Rinse Delay	2s	Loop Evacuation Delay	0s
Load and Injection Settings					
Loop Load Time	2.5s	Equalization Delay	3s		
Probe Rinse Parameters					
Time to Evacuate Probe	0s	Probe Wash	0s	Rinse Station Fill	4s

表5：ICPMS样品列表截图：40s内分析一个样品



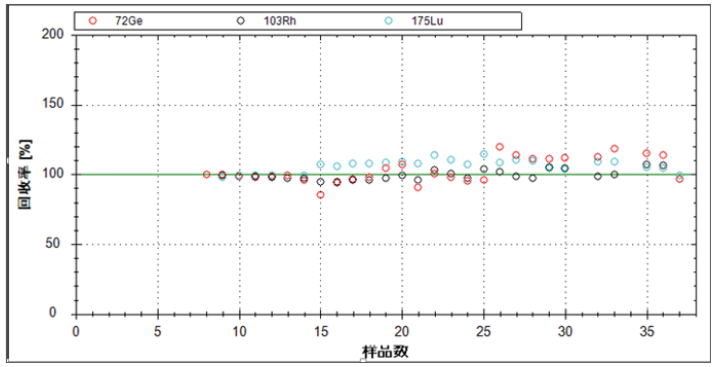
27	2019/3/27 11:20:15	UNKNOWN
28	2019/3/27 11:20:52	UNKNOWN
29	2019/3/27 11:21:30	UNKNOWN
30	2019/3/27 11:22:08	UNKNOWN
31	2019/3/27 11:22:46	UNKNOWN
32	2019/3/27 11:23:24	UNKNOWN
33	2019/3/27 11:24:03	UNKNOWN
34	2019/3/27 11:24:41	UNKNOWN
35	2019/3/27 11:25:19	UNKNOWN
36	2019/3/27 11:25:57	UNKNOWN
37	2019/3/27 11:26:36	UNKNOWN
38	2019/3/27 11:27:14	UNKNOWN
39		

实验结果

2.1 样品处理方法及上机条件优化

全血样品混匀后取100微升加入到塑料材质样品管中，加入1900微升0.1%HNO_3 +0.1%曲拉通X-100稀释剂，震荡混匀，15min之内上机测定。

全血稀释20倍直接上机的优点是不用消解样品，样品前处理快速省时，但是存在较大的样品基体效应，造成内标回收率波动大，影响分析结果。赛默飞ICPMS RQ配置了4.5mm嵌片，该嵌片相比3.5mm嵌片更具耐高盐效果，为超耐高盐嵌片设计，能更好的减少样品基体效应。另外，采用样品去平衡锥的方法，即开机后，先运行15-20个全血样品，再开始运行标准曲线，这样可以利用样品基体平衡ICPMS采样锥和截取锥上的盐分分布，进而减小ICPMS内标的波动。使用该方法，采用10ppb的Ge，Rh，Lu通过在线内标加入方式，这些内标元素的回收率可以达到80%-120%之间，见表6：



2.2 全血质控样结果

本实验采用全血质控样Seronorm™ Trace Elements Whole Blood L-2 LOT 1702825做全程实验质控手段，采用不同天分别处理分析同一批次全血质控样，汇总得到的质控样结果如下表7：

元素	Mg (mg/L)	Mn(ug/L)	Fe (mg/L)	Cu(ug/L)	Zn(mg/L)	Pb(ug/L)	Ca(mg/L)
Whole Blood L-2 Analytical uncertainty	32.7-49.2	22.2-26.1	-	890- 1060	4.8-6.8	272-334	45-68
Analyticalvalue	41	24.2	350	980	5.8	303	56
Day1	40.1	23.3	332.0	910.4	5.5	289.2	54.4
Day2	40.4	22.7	343.3	931.5	5.9	293.5	53.7
Day3	41.1	23.2	336.5	920.6	5.7	316.0	55.2
Day4	40.3	24.5	347.1	950.4	5.6	281.8	53.8
Day5	40.7	23.4	338.7	940.4	5.9	304.1	54.2

可以看出，不同天处理的全血质控样结果均落在质控样范围之内，体现了该方法的准确性及稳定性。

结论

采用0.1%HNO_3 +0.1%曲拉通X-100作为稀释剂，20倍稀释全血样品直接进ICPMS，ICPMS搭载Teledyne CETAC ASXpress+快速进样阀自动进样系统分析了全血中7种微量元素，可以实现40s内完成分析一个样品，通过测定全血质控样品，结果均落在质控范围内，进一步验证了该快速进样方法稳定可靠。全血直接稀释配合ASXpress+快速进样系统可以大大提高ICPMS在临床分析中的工作效率。

赛默飞
官方微信

热线 800 810 5118
电话 400 650 5118
www.thermofisher.com

仅用于研究目的。不可用于诊断目的。 © 2020 Thermo Fisher Scientific Inc. 保留所有权利。
所有商标均为 Thermo Fisher Scientific Inc. 及其子公司的资产，除非另有指明。