

热表面电离质谱精确测定 人体排泄物中锌同位素丰度比

王 军 赵墨田

(国家标准物质研究中心 北京 100013)

锌是人体必需的微量元素之一，脂类、糖类代谢及核酸与蛋白质生物合成等过程都离不开锌。锌是人类膳食中比较容易缺乏的一种微量元素，锌缺乏可引起生理和生化功能紊乱，导致许多组织、器官功能异常，因此研究锌缺乏原因、锌的生物利用及影响其生物利用的因素已成为近年来营养学领域的重要课题。近年来国际上普遍使用稳定同位素示踪技术研究矿物质和微量元素的吸收率。随着我国科学技术水平的提高，一些有关研究单位也相继开展微量元素生物利用率的研究。本文是中国城市代表性膳食条件下育龄妇女锌的生物利用率研究的质谱分析部分。

1 实验部分

研究测定锌生物利用率的主要步骤是：首先给受试对象（20 名健康育龄妇女）口服 4 毫克 ^{67}Zn 和静脉注射 2 毫克 ^{70}Zn ，收集实验期全部粪便和给予同位素三天后的全部尿样。粪便和尿样经消解、分离提纯后，用表面热电离同位素质谱测定样品中的同位素丰度比值，然后结合其它有关的数据计算出锌的吸收率。

1.1 样品预处理

称取一定量的样品，加入 10 ml 硝酸和高氯酸的混合酸，放入微波炉中进行消解。消解后将样品蒸干，用 1ml 1mol/L 的 HCL 溶样，将样品溶液通过阴离子交换树脂柱分离，用 5ml 1mol/L 的 HCL 淋洗交换柱，重复三次。然后用 1ml 亚沸蒸馏水三次、2ml 亚沸蒸馏水两次洗交换柱，洗脱液接入烧杯中，蒸干备质谱分析用。

1.2 质谱测量

使用 Finnigan MAT261 热表面电离质谱计。锌是高电离电位元素，本工作选用单带电机构，涂样时加入硅胶和磷酸作为电离增强剂。质谱测量时使用法拉第杯多接收器分别接收 ^{70}Zn 、 ^{68}Zn 、 ^{67}Zn 和 ^{66}Zn ，计算机程控采集数据。

2. 结果与讨论

2.1 实验结果

本工作中用高浓缩 ^{66}Zn 和 ^{68}Zn 配制的一系列混合溶液测定仪器的系统误差校正系数，测定的粪便和尿中的 Zn 同位素丰度比值用该系数校正。表 1 给出了粪便和尿样品中部分同位素丰度比值测量结果。由此计算出的锌吸收率是：粪便监测法 38.22 ± 10.14 (%)，尿监测法 35.57 ± 12.92 (%)

2.2 讨论

本工作建立了人体排泄物中痕量锌样品的消解、分离和热表面电离质谱精确测量的方法，该方法也可适用于其它生物、环境样品中锌的分析测定。

本实验中尿监测法与粪便监测法测定的吸收率相比没有显著性差异 ($P>0.05$)，结果近似，并且该方法灵敏度高，可排除内源锌的干扰。

本工作将高准确度、精密度的质谱分析方法用于人体同位素示踪及生物利用率研究中，拓宽了同位素质谱的应用领域，使同位素质谱的应用研究和营养学中微量元素生物利用率研究在方法及测量水平上都可与国际接轨，同时也使不同学科相互带动，促进发展。

表 1. 实验对象粪便和尿样中的锌同位素丰度比值测定结果

No.	粪 便		尿	
	$^{67}\text{Zn}/^{68}\text{Zn}$	$^{70}\text{Zn}/^{68}\text{Zn}$	$^{67}\text{Zn}/^{68}\text{Zn}$	$^{70}\text{Zn}/^{68}\text{Zn}$
1	0.4105	0.0345	0.2399	0.0595
2	0.4391	0.0408	0.2324	0.0637
3	0.3406	0.0374	0.2418	0.0552
4	0.6025	0.0419	0.2492	0.0763
5	0.4527	0.0408	0.2442	0.0536
6	0.4405	0.0416	0.2476	0.0563
7	0.4361	0.0404	0.2295	0.0386
8	0.4111	0.0379	/	/
9	0.4383	0.0380	0.2308	0.0472
10	0.3635	0.0376	0.2419	0.0456
11	0.4482	0.0385	0.2321	0.0457
12	0.4106	0.0382	0.2385	0.0581
13	0.4332	0.0369	0.2371	0.0490
14	0.3663	0.0385	0.2426	0.0590
15	0.6099	0.0392	0.2473	0.0626
16	0.4868	0.0405	0.2543	0.0630
17	0.3828	0.0375	0.2363	0.0551
18	0.4348	0.0403	0.2337	0.0444
19	0.4431	0.0387	0.2367	0.0538
20	0.4451	0.0403	0.2483	0.0582

Accurate Determination of Isotopic Ratios of Zn in Human Body Excreta by Thermal Ionization Isotope Mass Spectrometry

Wang Jun, Zhao Motian

(National Research Center for Certified Reference Materials, Beijing 100013, China)

Abstract

In this work isotope mass spectrometry was adopted for the study of determination of zinc absorption by using a double label stable isotope technique. The methods of the sample digestion, separation and measurement of trace zinc by using thermal ionization mass spectrometer were established, and the isotopic ratios of zinc in the excrements and urine were measured accurately. The reliable zinc absorption was obtained from this.