



Détermination directe des éléments traces dans les liquides corporels par spectrométrie de masse ICP-MS

Auteur : Dr René Chemnitzer, Analytik Jena AG, Konrad-Zuse-Strasse 1, 07745 Jena

Contact : Analytik Jena AG

Tél. : +33 (0)9 72 39 02 33 - **Fax :** +33 (0)9 72 39 02 32

www.analytik-jena.fr - info@analytik-jena.fr

Introduction

Une meilleure compréhension de la pertinence des différents éléments dans le cadre des processus métaboliques dans les organismes a conduit à un intérêt grandissant pour l'analyse d'échantillons biologiques tels que les liquides corporels.

Dans ce cas précis, l'accent est particulièrement mis sur l'approvisionnement des éléments essentiels et la détection des éléments toxiques.

Des techniques d'analyse rapides et plus précises sont nécessaires afin de répondre à ces demandes.

La spectrométrie de masse à plasma à couplage induit propose des limites de détection basses, des capacités d'analyse d'éléments multiples, une préparation simplifiée des échantillons et une consommation réduite des échantillons.

Cette technique se révèle très utile dans le cadre de la détermination d'éléments de traces et d'ultra-traces dans divers échantillons biologiques.

Analyse de différentes matrices

L'analyse des échantillons biologiques autorise un grand nombre de conclusions quant à l'état actuel d'un organisme.

Il est possible d'étudier différentes matrices (tableau 1).

Les propriétés individuelles des liquides corporels sont liées aux fonctions spécifiques dans l'organisme.

C'est pourquoi le choix d'une matrice appropriée est déterminant si l'on désire obtenir la réponse correcte à une question spécifique.

Le sang est un liquide de transport. La concentration en éléments traces

dépend de l'absorption à court terme. Sachant qu'une absorption minérale insuffisante est compensée par les propres réserves du corps humain, le sérum ne permet par exemple pas d'indiquer d'éventuelles carences en minéraux.

L'analyse des cheveux constitue à ce titre un sujet âprement discuté. Les résultats dépendent fortement de l'âge, du sexe, de la longueur et de la couleur ainsi que des produits de soin et des facteurs environnementaux.

Les portions endogènes et exogènes ne peuvent être distinguées entre elles, et une corrélation entre les concentrations des éléments dans les cheveux et le sang/l'urine n'a pas pu être prouvée [1]

De manière générale, l'analyse des cheveux est utilisée à des fins de détection des drogues addictives et d'analyse d'échantillons anciens. [2]

Méthodes analytiques

La caractérisation des liquides corporels était couramment réalisée à l'aide de techniques d'absorption atomique.

La combinaison de flamme (F-AAS) et de fours graphite AAS (GF-AAS) permet de couvrir une large gamme de concentrations.

Sachant que la technique AAS est une technique d'analyse mono-élémentaire et nécessite une source individuelle d'excitation, l'analyse demande beaucoup de temps et le nombre d'éléments qui peuvent être caractérisés est limité.

L'ICP-MS est une technique d'analyse multi-élémentaire qui est largement utilisée de nos jours puisqu'elle offre les limites de détection basses du GF-AAS ainsi qu'une large gamme dynamique de l'ordre de 10 grandeurs.

Alors qu'une analyse durait auparavant entre 30 sec et 5 min pour un seul élément, celle-ci est maintenant possible pour plus de 20 éléments en moins de 5 min.

L'ICP-MS, grâce à sa capacité à détecter des isotopes individuels, peut en outre être utilisée pour des études à long terme sur des médicaments enrichis en isotopes.

Développement de méthodes

Dans le cadre de l'analyse de sang total, les défis à surmonter concernent principalement la matrice d'échantillon et les interférences qui ont une influence sur l'analyse des éléments intéressants.

On porte une attention particulière sur les éléments essentiels, mais aussi toxiques tels que le sélénium, l'arsenic, le cadmium, le plomb et le chrome.

Les interférences formées par la matrice d'échantillon, par ex. par l'argon ou l'oxygène peuvent être éliminées à l'aide de systèmes de gestion des interférences.

Ces systèmes ont recours à l'hydrogène et à l'hélium afin de générer des collisions et des réactions avec les interférences moléculaires.

Il en résulte une formation d'espèces nouvelles et non-interférentes ou une décroissance de l'énergie cinétique des molécules interférentes de sorte qu'elles n'atteignent pas le filtre de masse quadripolaire.

La préparation des échantillons est très simple. Toutes les matrices liquides peuvent être diluées et analysées directement par ICP-MS.

L'étalonnage de la méthode peut être réalisé à l'aide d'un étalonnage externe utilisant différents niveaux d'étalonnage ou en utilisant un étalonnage par ajouts dosés sur un échantillon réel.

La méthode de l'étalonnage par ajouts dosés est utile si les effets de la matrice risquent d'avoir une influence sur l'introduction et l'excitation de l'échantillon dans le plasma.

Instrumentation

L'analyse directe multi-éléments du plasma et du sang total a été réalisée en utilisant un appareil PlasmaQuant® MS, ICP-MS d'Analytik Jena.

Tous les travaux ont été réalisés dans des conditions d'analyse de routine en laboratoire, en aucun cas dans des conditions dites de « salle blanche ».



Figure 1: PlasmaQuant® MS Elite

Matériaux et réactifs

De l'acide nitrique à haute concentration (Baseline®, Seastar Chemicals), du Triton-X 100 (Sigma Aldrich) et de l'eau déminéralisée (18.2 MΩ cm⁻¹) ont été utilisés pour la préparation des solutions d'échantillons et d'étalonnage.

Tout le matériel de laboratoire, récent ou utilisé, a été soigneusement nettoyé en le rinçant et en le nettoyant à l'aide d'acide puis les récipients propres ont été laissés et remplis de 2% v/v de HNO₃ avant utilisation.

Trois solutions d'étalonnage multi-éléments ont été préparées à partir d'une solution multi-élément mère dans 2% v/v de HNO₃. ▶▶▶

bioleader®

La solution sur mesure pour l'aménagement et le mobilier de votre laboratoire



Une solution d'étalon interne a été préparée avec 1% v/v de HNO₃.

L'étalon interne a été ajouté au nébuliseur à travers une « pièce en Y ».

Analyse d'échantillons

Tous les matériaux certifiés sont préparés conformément aux instructions des fabricants.

Après avoir dissolu avec soin les matériaux, les échantillons ont été dilués à l'aide d'une solution de 0,5% v/v de HNO₃ et de 0,005% v/v de TritonX-100.

Les valeurs mesurées présentées constituent la moyenne de deux répétitions de mesures.

Le matériel de référence ClinChek[®]-contrôle du plasma Niveau 1 et 2 (Recipe[®]) a été dissolu dans 3 mL d'eau déminéralisée puis dilué dans une proportion de 1:10 en utilisant la solution du diluant.

Les résultats obtenus (tableau 2) concordent parfaitement avec les concentrations certifiées.

Le matériel de référence « éléments traces dans le sang total » (Seronorm[®]) a été dilué à une proportion de 1:20 après l'avoir dissolu avec soin dans 5mL d'eau déminéralisée.

Comme vous pouvez le voir dans le tableau 3, il est possible d'observer une excellente concordance entre les valeurs mesurées et les valeurs certifiées.

Conclusion

Cette étude a démontré avec succès que l'ICP-MS PlasmaQuant[®] MS propose une solution simple et très efficace pour la détermination directe des éléments traces dans les échantillons complexes tels que le plasma et le sang total.

La capacité d'analyse multi-élémentaire rapide et les faibles limites de détection vont augmenter la fréquence d'utilisation de l'ICP-MS dans la mesure des liquides corporels.

Une manipulation simplifiée et des solutions logicielles adaptées ont permis d'augmenter l'utilisation de cette méthode au cours des dernières années.

Références

[1] Dtsch Arztebl 2002, 99: A3026-3029 [Heft 45]

[2] Bundesgesundheitsbl-Gesundheitsforsch-Gesundheitsschutz 2005, 48, 246-250

Domaine de recherche	Matrice d'échantillon appropriée
Médecine	
• Surveillance de l'équilibre minéral	Urine
• Détection des médicaments et drogues addictives	Plasma
• Exposition à des substances dangereuses	Sérum
• Détection de toxines	Sang humain total
• Echantillons historiques	Cheveux
Médecine thérapeutique	
• Pharmacodynamiques	

Tableau 1 : matrice d'échantillons des fluides corporels

Élément	Niveau de plasma 1		Niveau de plasma 2	
	Mesuré	Certifié	Mesuré	Certifié
Cd	μg/l 2.2	2.0 - 3.4	9.8	9 - 15
Cr	μg/l 3.5	2.6 - 4.2	14	11 - 16
Co	μg/l 5	4.1 - 6.7	16.6	14 - 22
Cu	μg/l 850	634 - 1056	1290	1050 - 1750
Fe	μg/l 756	563 - 937	964	859 - 1431
Li	mg/l 2.4	1.9 - 3.1	5.2	3.9 - 6.5
Mg	mg/l 26	23 - 37	33	32 - 37
Mn	μg/l 4.9	3.8 - 6.2	14.6	11 - 17
Mo	μg/l 1.1	0.7 - 1.2	6.6	4.5 - 7.5
Ni	μg/l 7.4	5.9 - 9.7	18	16 - 26
Tl	μg/l 0.03	<1	2.5	2.1 - 3.5
Zn	μg/l 1113	823 - 1371	1338	1133 - 1887

Tableau 2 : résultats de l'analyse du matériau de référence ClinChek[®] Niveaux 1 et 2 (Ch.-B.: 417)

Élément	Niveau de Seronorm 1 LOT 404107		Niveau de Seronorm 2 LOT MR9067	
	Mesuré	Certifié	Mesuré	Certifié
Cd	μg/l 0.72	0.67 - 0.76	5.77	5.4 - 7.2
Co	μg/l 0.13	<1	5.3	5.2
Cr	μg/l 1.3	1.2	7.2	7.1
Mn	μg/l 9.5	9	13.9	12.8 - 15.1
Ni	μg/l 1.6	2	5.2	5
Pb	μg/l 33	31 - 39	364	353 - 443

Tableau 3 : résultats pour le matériau de référence Seronorm[™] éléments traces dans le sang total niveaux 1 et 2

Le top de la qualité
pour des analyses fiables

Le nouveau système de pointes BRAND !

Nouveau : TipBox
avec couvercle rabattant pour usage d'une seule main

Nouveau : TipRack
avec suremballage PET recyclable

Nouveau : TipStack[™]
système de recharge peu encombrant et stable avec une TipBox incluse

Nouvelles pointes
volumes en plus !

ACHEMA :
Hall 4.1 / Stand G35

BRAND GMBH + CO KG

Restez à la pointe !



97861 Wertheim · Tel.: +49 9342 808-0 · info@brand.de · www.brand.de