BİOLOJİ MAYELƏRİN İNDUKTİV ƏLAQƏLİ PLAZMA KÜTLƏ SPEKTROMETRİ VASİTƏSİLƏ ANALİZİ ZAMANI MEYDANA ÇIXAN MATRİS EFFEKTLƏRİ

N.Ş. CƏFƏR
1. Azərbaycan Respublikası Elm və Təhsil Nazirliyi, Fizika İnstitutu
H.Cavid pr, 131, Bakı AZ-1073 nurlanajafarr@gmail.com,

Tədqiqatda bioloji mayelərin analizi zamanı komponentlərin aşkarlanma həddinə matris effektlərin təsiri araşdırılmış, həmçinin birbaşa seyrəltmə və mineralizasiya metodları ilə nümunə hazırlığının müqayisəsi aparılmışdır. Nəticələr göstərir ki, cihazın ayırdetmə qabiliyyətinin azalması, üzvi həlledicilərin təsiri ilə əlaqədar, analizatorun bir sıra hissələrinin, o cümlədən sampler və skimmer dəliklərinin diametrlərinin kiçilməsi ilə əlaqədardır. Analiz olunan məhlulların üzvi komponentlərinin təsirini azaltmaq üçün iki üsul, mikrodalğalı və sadə parçalanma, təklif edilmişdir. İşdə sadə seyrəltmənin üstünlükləri vurğulanmışdır. Eyni zamanda, bioloji mayelərin, xüsusilə qan analizi zamanı, turşu ilə minerallaşdırma üsulunun müxtəlif üzvi matrisi aradan qaldırmaq və biotəhlükəni azaltmaq üçün optimal metod kimi istifadə olunduğu qeyd edilmişdir. Məqalədə matris effektlərini aradan qaldırmaq və daha dəqiq nəticələr əldə etmək üçün daxili standartların istifadəsi mümkünlüyü izah edilmişdir. Əldə olunan nəticələr analitik-eksperimentatorlar üçün dəqiqlik dərəcəsini qiymətləndirmək və artırmaq, eyni zamanda həkimlərə dializ zamanı xəstənin bədənində itirilmiş vacib elementlərin bərpası üçün mühüm məlumatlar təqdim edilmişdir.

Açar sözlər: Bioloji maye, induktiv əlaqəli plazma kütlə spektrometriyası, spektral və qeyri-spektral matris effektlər, daxili standart.
DOI:10.70784/azip.3.2024C03

GİRİŞ

Tibbdə hazırda mikroelementlərin insan orqanizmindəki rolu mühüm diqqət mərkəzinə malikdir, çünki onların çoxluğu və ya qida rasionundakı çatışmazlığı ciddi xəstəliklərə səbəb ola bilər [1]. Mikroelementlər zülallarda və yağlarda, karbohidratlar isə immun reaksiyalarında iştirak edir. Aparılan tədqiqatlar torpaqda, suda və atmosferdə makro- və mikroelementlərin miqdarının artmasının insan saçındakı və bioloji mayelərdəki elementlərin səviyyəsinə təsir etdiyini göstərir [2].

İnduktiv əlaqəli plazma kütlə spektrometriyası (İƏP-KS) tibbi diaqnostik metodlardan biridir və bioloji mayelərdə mikroelementlərin konsentrasiyasını öyrənməklə xəstəliklərin müəyyən edilməsinə kömək edir. Hal-hazırda İƏP-KS metodu yüksək həssaslığı və geniş konsentrasiyalarda çox elementli analiz aparmaq imkanı ilə bioloji obyektlərin element analizində aparıcı mövqeyə malikdir.

İƏP-KS metodunun üstünlükləri arasında çox elementli analiz, aşağı aşkarlama hədləri, sürətli analiz prosesi və kiçik nümunə həcmləri yer alır. Bu xüsusiyyətlər, metodu bioloji mayelərin analizi üçün əvəzolunmaz edir. Eyni zamanda, metod yüksək əlçatanlıq və məhsuldarlıq təqdim edir, kimyəvi elementlərin və onların izotoplarının aşağı aşkarlanma həddi ilə seçilir, bu da onun effektivliyini artırır. [3]

Bununla belə, hər hansı analitik metodda olduğu kimi, İƏP-KS də analiz nəticələrinə təsir edən bəzi çatışmazlıqlara malikdir. Bu çatışmazlıqlara spektral və qeyri-spektral matris effektləri daxildir. Mürəkkəb tərkibli nümunələrin analizi zamanı bu təsirlər, təyin olunan elementlərin aşağı aşkarlama həddini əhəmiyyətli dərəcədə artırır və mürəkkəb bioloji nümunələrdə onların düzgün identifikasiyasını çətinləşdirir. Bu səbəbdən, analitik nəticələrin dəqiqliyini artırmaq üçün uyğun matris təsirini azaltma strategiyalarının tətbiqi vacibdir [4,5]. Son on beş il ərzində müxtəlif bioloji nümunələrin İƏP-KS metodu ilə analizi mövzusunda bir çox məqalə dərc edilmişdir [6, 7]. Nümunənin növü, tərkibi və hazırlanma qaydası, İƏP-KS-də alınan nəticələrin təhrif olunmasına səbəb ola biləcək spesifik problemlər yarada bilər. Bu işin əsas məqsədi, böyrək çatışmazlığı olan xəstələrdən alınan qan və sidik nümunələrinin analizi zamanı İƏP-KS metodunda meydana gələn interferensiyaların araşdırılması və aradan qaldırılmasıdır.

Beləliklə, məqalə İƏP-KS metodunun mürəkkəb tərkibli bioloji nümunələrdə kimyəvi elementlərin təyin edilməsinə yönəlib. Eyni zamanda, nümunələrin hazırlanmasında birbaşa seyrəltmə və turşu minerallaşması kimi müxtəlif üsulların tətbiqi, bioloji mayelərin analizi zamanı yaranan matris effektlərinin nəzərə alınması və azaldılması məsələlərini əhatə edir. Bu yanaşma, analitik nəticələrin dəqiqliyini artırmaq məqsədinə əsaslanıb.

1. Eksperimental hissə

1.1. Avadanlıq

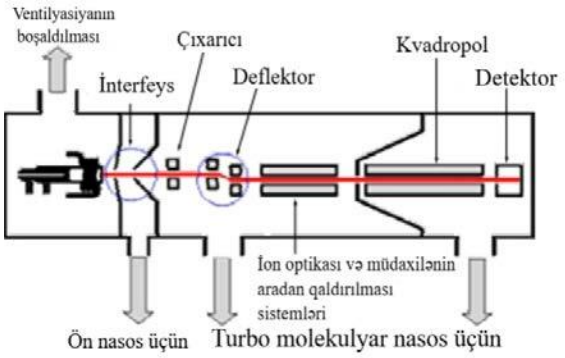
Ölçmələr "Agilent Technologies" şirkətinin 7700 model İƏP-KS cihazında sabit iş şəraitində aparılmışdır. İƏP-KS metodu, ion mənbəyi olaraq arqon İƏP istifadə etməklə kvadrupollu kütlə spektrometrinin tətbiqinə əsaslanır [7-9].

Şəkil 1-də İƏP-KS "Agilent 7700" cihazının əsas hissələrinin diaqramı təqdim edilmişdir. Nümunə daxiletmə sistemi peristaltik nasos, püskürdücü və püskürtmə kamerasından ibarətdir. Tədqiq olunan maddənin məhlulu peristaltik nasos vasitəsilə 0,1 ml/dəq sürətlə sorulur; sonra aerozol yaradılır və püskürdücü kamera-

131, H.Javid ave, AZ-1073, Baku
Institute of Physics
E-mail: jophphysics@gmail.com

dan keçir. Nəticədə, incə aerozol birbaşa üfüqi quraşdırılmış plazma borusuna yönləndirilir. Plazma borusu 4 dolaqlı sarğaca daxil edilərək 27.1 MHz tezliyində gərginlik verilir. Bu prosesdə plazma yüksək tezlikli sahədə elektronlarla zənginləşir və arqon atomları ilə toqquşaraq plazma "yanması" baş verir. Plazma mərkəzində temperatur 8000 ilə 10000 K arasında yüksəlir. Aerozollaşdırılmış nümunə həlledicidən azad edilərək ionlaşır, nəticədə analiz olunan nümunədən ion dəstəsi əmələ gəlir. Bu ionlar, konuslar və linzalar sistemi vasitəsilə kütlə analizatoruna daxil olur. Tətbiq olunan gərginliklərin xüsusi kombinasiyası ilə kvadrupolun mərkəzindən yalnız müəyyən m/z nisbətinə malik ionlar keçə bilir.

Kvadrupol gərginliyin çox sürətli (mişarvari) dəyişməsini təmin edərək, 100 ms-də 2 ilə 260 Da arasında bütün kütlə diapazonunu skan edə bilir. Bu, bütün elementlərin intensivliyə uyğun kütlə spektrlərinin eyni anda qeydə alınmasını mümkün edir. Kvadrupoldan keçdikdən sonra, ionlar ikinci elektron çoxaldıcısı vasitəsilə aşkar edilir, bu da analizin həssaslığını artırır.



Şəkil 1. İƏP-KS Agilent 7700-ın diaqramı.

Cədvəl 1.

Təcrübi rejimdə İƏP-KS-in bəzi məlumatları göstərilmişdir

Plazma, generatorun gücü, W	1450
Arqonun axın sürəti, l/dəq	1.2
Nümunənin ötürülmə surəti, l/dəq	1
Kütlə spektrometrin ayırdetmə qabiliyyəti , Da	0.2
Plazmasız vakuum, Torr	$4 \cdot 10^{-4}$
Toqquşdurucu yuva, qaz	Helium
Ölçmə vaxtı, s	0,1−0,5

1.2. Nümunə hazırlığı

Mikro ölçülü nümunələrlə işləmək üçün kiçik həcmli qablarla təchiz edilmiş və temperaturun dəyişdirilməsi imkanına malik olan "Speedwave Xpert" (Almaniya) mikrodalğalı sobada minerallaşdırılmışdır. Təcrübə zamanı "Pipet4u" və "Eppendorf" (Almaniya) istehsalı olan 100−1000 µl və 1−10 ml həcmli nümunə qabları, birdəfəlik ucluqlar, eləcə də 15 və 50 ml həcmli polipropilen borulardan istifadə olunmuşdur.

Nümunə məhlulları, əsas məhlulun ardıcıl seyrəldilməsi ilə hazırlanmışdır. Standart məhlullar 10 mq/l konsentrasiyası olan 32 elementdən ibarət olub, "High Purity Standards" (ABŞ) tərəfindən istehsal edilmişdir. Matris effektlərinin təsirini öyrənmək üçün isə Na, K, Ca tək elementli məhlullardan istifadə olunmuşdur. Daxili standartlar Rh, In, Sc, Ge (ABŞ) 1 mq/l konsentrasiya ilə hazırlanmışdır.

Nümunələrin minerallaşdırılması və kalibrləmə məhlullarının hazırlanması üçün Suprapuz (Merck, Almaniya) istehsalı olan 65% azot turşusu (HNO_3) və 30% hidrogen peroksid (H_2O_2) istifadə edilmişdir. Bütün məhlullar deionlaşdırılmış su (18,2 MΩ·sm) ilə durulaşdırılmışdır.

Cihaz, kalibrləmə standartları ilə 1-dən 50 ppb-ə qədər verilən həcmdə kalibrlənmiş və çıxışda müvafiq düz xətlər alınmışdır. İntensiv hemodializ keçirən 30-40 yaşlı böyrək çatışmazlığı olan xəstələrdən birdəfəlik polietilen borularda qan və sidik nümunələri toplanmışdır. Sidik, azot turşusu ilə (HNO_3 konsentrasiyası 20 ml nümunə üçün 0,4 ml) durulaşdırılmışdır.

Təmiz qan, həm qeyri-üzvi, həm də üzvi maddələrin yüksək tərkibinə malik olan müxtəlif birləşmələrdən ibarət bioloji mayedir. Qanın qorunması üçün EDTA-HNO3 qarışığı istifadə edilmişdir. Nümunə götürüldükdən sonra sidik və qan nümunələri bir neçə gün soyuducuda 2−4 °C temperaturda saxlanılmışdır. Daha sonra, bu nümunələr analiz edilmiş və dializ mayesi 0,2% azot turşusunda həll edilmişdir.

Qan (0,5−1 ml) və sidik (1−2 ml) nümunələri, sıxılmış HNO_3 və H_2O_2 istifadə edilərək mikrodalğalı sobada ayrılmışdır. Minerallaşdırma rejimləri cədvəl 2-də təqdim olunmuşdur, bu da prosesin şərtlərini və parametrlərini əks etdirir.

Cədvəl 2.

Sidik və qan nümunələri üçün Minerallaşma rejimi

Mərhələ nömrəsi	Temperatur, °C	Vaxt, dəq
1	15-80	4
2	80-160	3
3	160-190	5
4	190-210	14

Tədqiqatlar göstərdi ki, yüksək temperaturda və nümunənin uzun müddət minerallaşması zamanı bəzi yüksək uçuculuğa malik elementlər buxarlandığından, optimal iş rejimi seçilmişdir: qan üçün 3-cü, sidik üçün isə 2-ci mərhələ. Ölçmə üçün hazırlanmış məhlullara müvafiq elementin konsentrasiyası 20−50 µg/l olan daxili standartlar əlavə edilmişdir.

2. Nəticələr və onların müzakirəsi

Məlum olduğu kimi, qan çoxlu sayda üzvi birləşmələrdən ibarət olduğundan, onun İƏP-KS ilə analizi üçün müxtəlif nümunə hazırlama üsullarından istifadə olunur. Nümunənin hazırlanması üsullarından asılı olmayaraq, bütün üzvi maddələr komponentlərinə tam ayrıla bilmir, bu da kütlə-spektrometrin ion-optik sistemində, konusların və plazma borusunun səthində duzların və ya oksidlərin çökməsinə səbəb olur. Konusların səthində adsorbsiya olunan duzlar, onların dəliklərinin diametrlərini azaldaraq, cihazın ayırdetmə qabiliyyətini

pisləşdirir [3]. Üzvi həlledicilərin plazmaya həddindən artıq daxil olması (0,2%-dən yuxarı) istilik xüsusiyyətlərinin əhəmiyyətli dərəcədə dəyişməsinə, xüsusən də temperaturun azalmasına səbəb ola bilər. Bu temperatur azalması, maddələrin ionlaşması və dissosiasiyası üçün əlavə enerji tələb edir, nəticədə analizin dəqiqliyi və həssaslığı pisləşə bilər. Bu səbəbdən, plazmada üzvi həlledicilərin optimal konsentrasiyası diqqətlə seçilməlidir.

Buna görə də, komponentlərin təsirini azaltmaq məqsədilə iki müxtəlif nümunə hazırlığı üsulu öyrənilmişdir: analiz edilən nümunələrin birbaşa seyrəldilməsi və mikrodalğada parçalanma. Birbaşa seyrəltmə metodunun üstünlükləri arasında nümunənin qısa müddətdə asan analizi, aşağı qiymət və minimal çirklənməyə malik olmasıdır. Lakin, bu metodla hazırlanmış nümunələr kütlə spektrometrin bəzi hissələrinin, xüsusən nümunə götürmə şlanqlarının sıradan çıxmasına və konus dəliklərinin tıxanmasına səbəb ola bilər. Nəticədə, həll olunmayan duzların komponentləri matris effektlərinin (spektral və qeyri-spektral) təsirini gücləndirir. [10, 11]. Bu çatışmazlıqlara baxmayaraq, tibbi laboratoriyalarda tələb olunan çoxlu nümunələri qısa müddətdə hazırlamaq imkanı sayəsində, birbaşa seyrəltmə üsulu praktikada daha tez-tez istifadə olunur. Bu yanaşma, analitik işlərin sürətini artıraraq laboratoriya iş yükünü azaltmağa kömək edir. [12-14]. Müxtəlif üzvi matrisi və belə obyektlərlə işləyərkən bioloji təhlükəni azaltmaq məqsədilə turşu ilə minerallaşma üsulundan istifadə etməklə biomayelərin və qanın element analizini aparmaq mümkündür [15-18]. Bununla belə, bu növ nümunənin hazırlanmasının bir sıra çatışmazlıqları vardır: konkret nümunə üçün müxtəlif proqram təminatı tələb olunur, nümunənin hazırlama müddəti uzun (3−4 saat) olur, kənar məhlulların əlavə edilməsi zamanı çirklənmə riski artır, analitin çox miqdarda istifadə olunması ilə bağlı çətinliklər yaranır və bəzi uçucu elementlərin itirilməsi baş verə bilər [19, 20].

Tədqiqatlar göstərmişdir ki, hər iki nümunə hazırlığı zamanı dializatlarda atom kütləsi az olan bəzi elementlərin konsentrasiyası dəyişmir, lakin atom kütləsi daha yüksək olan elementlərin konsentrasiyası 2−3 dəfə artır. Müəyyən edilmişdir ki, birbaşa seyrəltmə ilə mikrodalğalı parçalanma arasında müqayisədə misin konsentrasiyası 2 dəfə, sinkin 1,6 dəfə, stronsiumun konsentrasiyası isə 2 dəfə artmışdır (şəkil 2a). Bu analiz nəticələrinin müxtəlifliyi, onların üzərinə təsir edən spektral matris interferensiyasının olması ilə izah olunur.

Ümumiyyətlə, spektral matris effektləri daha çox nümunənin hazırlanması zamanı özünü göstərir. Bu səbəbdən, əksər hallarda bu effekti aradan qaldırmaq üçün İƏP-KS-nin ion-optik sistemindən sonra toqquşma yuvacıqları ilə təchiz edilmiş hissədən istifadə olunur. Toqquşma yuvacıqları adətən helium (He) qazı ilə zənginləşdirilir, nadir hallarda isə hidrogen (H_2) və ya ammonyak (NH_3) qazlarından istifadə olunur. Spektral matris effektləri aşağıdakılara aid ola bilər:

1. İzobar interferensiyalar kütləcə bir-birinə yaxın olan müxtəlif elementlərin izotoplarından gələn siqnalların interferensiyasıdır.
2. Digər elementlərin atom kütlələrinin m/q qiymətinə uyğun gələn çoxsaylı yüklü atomlar.
3. Çox atomlu ionlar — eyni kütləli analitlərin siqnalına çox atomlu ionların analitik siqnallarının üstüstə düşməsi. İƏP-KS-də ən güclü spektral effektlər, çox atomlu ionlar tərəfindən yaradılır. Onların aradan qaldırılması (və ya azaldılması) kütlə spektrometriyanın ən vacib məsələlərindən biridir.

İnduktiv əlaqəli plazmada spektral interferensiyalara səbəb olan müxtəlif növ poliatomik ionlar aşağıdakılardır:

1. Poliatomik fon ionları — yalnız plazma qazının, atmosfer havasının və suyun komponentləri (Ar, C, H, O, N) tərəfindən əmələ gələn ionlardır.
2. Həll olunmuş nümunənin komponentləri tərəfindən əmələ gələn çox atomlu ionlar — bu qrupa nümunəyə daxil olan elementlərin oksidi (MO^+), hidroksid (MOH^+) və hidrid ionları (MH^+) aiddir (M — analiz edilən element).
3. Çoxatomik arqon tərkibli ionlar — nümunənin və plazma qazının komponentlərindən əmələ gələn ionlardır: $ArCl^+$, ArS^+, ArF^+, ArM^+ və s.

Oksid poliatomik ionlarının əmələ gəlməsi, havadan və turşulardan gələn, nümunənin həllində istifadə olunan və nümunənin özündə yerləşən oksigen atomlarının, yüksək temperaturda (10,000 K) induktiv əlaqəli plazmaya daxil olması ilə izah olunur. Bu atomlar arqon atomları ilə və ya kütləsi analitlərin (hidridlər, oksidlər və s.) atom kütlələrinə oxşar olan digər ionlarla birləşirlər. Məsələn, 63Cu siqnalı üçün interferensiyalar $^{23}Na^{40}Ar^+$, $^{47}Ti^{16}O$ ola bilər; ^{66}Zn üçün $^{32}S^{16}O^{18}O$, $^{32}S^{17}O^{+2}$; ^{88}Sr üçün isə $^{72}Ge^{16}O^+$ və $^{40}Ar^{48}Ca^+$ kimi formalar müşahidə olunur.

Şəkil 2-də nümunənin hazırlanma şəraitindən asılı olaraq toqquşma yuvası olmadan və toqquşma yuvası olduqda dializatlarda elementlərin konsentrasiyası göstərilmişdir. Spektral interferensiyanın qarşısını almağın ən effektiv yolu toqquşma yuvasında bufer kimi helium qazından istifadə etməkdir. Optimal helium axını sürəti isə 3 ml/dəq müəyyən edilmişdir.

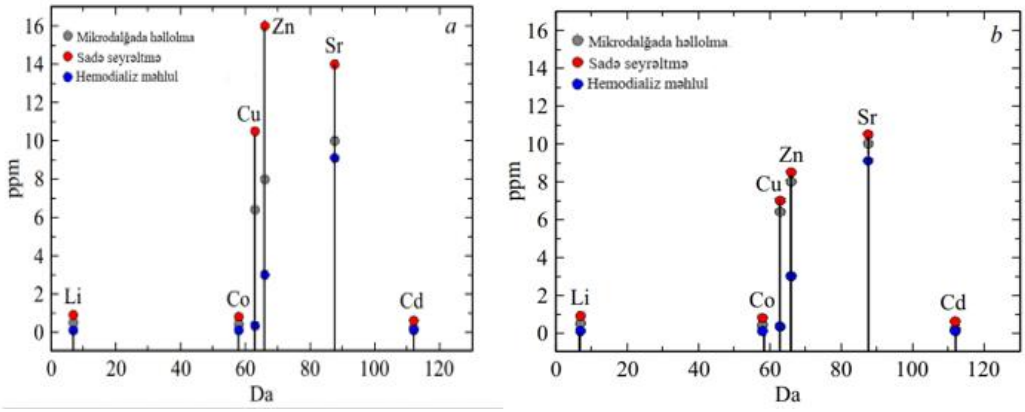
Şəkil 1, b-dən aydın olur ki, İƏP-KS-də helium qazı əlavə edildikdən sonra bir neçə siqnalın interferensiya təsirinin azalması müşahidə olunmuşdur (şəkil 2). Metodun mahiyyəti ondan ibarətdir ki, ion dəstəsi kütlə analizatoruna daxil olmadan əvvəl helium ionları ilə toqquşur. Bu toqquşmalar zamanı helium ionları, dəstədəki böyük molekulyar ionlarla və daha az diametrli metal ionları ilə qarşılıqlı təsir edir, nəticədə detektora daxil olan molekulyar ionların axınının intensivliyi azalır. Bu proses, spektral interferensiyaların azaldılmasına və analizin dəqiqliyinin artırılmasına kömək edir.

Aparılan təcrübələr göstərir ki, dializ zamanı insan orqanizmindən mis, sink, dəmir və digər mühüm elementlər yuyulur. Bu elementlərin sərbəst buraxılması, onların çatışmazlığına səbəb olur ki, bu da xəstənin immun sisteminin zəifləməsinə təsir göstərə bilər. Mis, insan həyatı üçün vacib elementdir, ürək, böyrək və qaraciyərdə toplanır; həmçinin dəmirin sorulmasına kömək edir və enerji mübadiləsində rol oynayır. Mis çatışmazlığı, soyuqdəymə, sümüklərin kövrəkləşməsi və hərəkətlə bağlı problemlərin yaranma ehtimalını artırır. Sink çatışmazlığı isə nevroloji pozğunluqlara, görmə kəskinliyinin azalmasına və dərinin vəziyyətinin pisləşməsinə səbəb olur. Alınan nəticələr həkimlərə dializ za-

manı itirilən elementlərin tərkibini bərpa etməyə və hemodializ zamanı əlavə təsirlərin qarşısını almağa kömək edəcək.

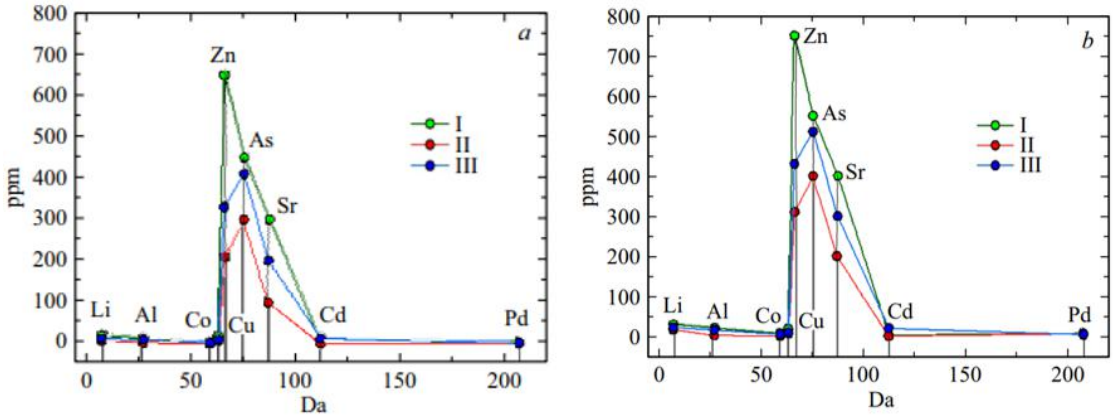
Sidik, üzvi turşuların duzlarına nəzərən yüksək konsentrasiyaya malik duzlu məhluldur və iş zamanı iki yolla hazırlanmışdır. Tədqiqatlar göstərir ki, hər iki üsulun nəticələri demək olar ki, eynidir, bu da birbaşa seyrəltmə metodunun praktikliyini sübut edir. Üç müxtəlif yaş qrupundan olan könüllülərdən sidik nümunələri birdəfəlik polipropilen borularda toplanmış, 65% azot turşusu əlavə edilmiş və deionlaşdırılmış su ilə 10-20 dəfə seyrəldilmişdir. Ancaq birbaşa seyrəltmənin çatışmazlığı, plazma borusunun, samplerin və skimmerin səthində karbon təbəqəsinin yaranmasıdır. Sidik və qan komponentlərinin tam həll olunmaması, konusların səthində müsbət ionlardan ibarət dielektrik təbəqənin yaranmasına səbəb olur ki, bu da bu konuslardan keçən ionların trayektoriyasını təhrif edir.

Bu təsiri aradan qaldırmaq üçün arqon plazmasına 1−5% oksigen qazı əlavə etmək kifayətdir. Təcrübələr göstərdi ki, oksigen qazının əlavə edilməsi ilə qeyri-spektral matris effektini aradan qaldırmaq və konusların işləmə müddətini artırmaq mümkündür. Oksigenin arqon plazmasına daxil olması, üzvi birləşmələrlə reaksiyaya girərək onları aradan qaldırır və daha az atom kütləsinə malik birləşmələr əmələ gətirir. Bu yeni birləşmələr, nümunə konuslarının dəliklərindən asanlıqla keçərək ion-optik sistemə daxil olur.



Şəkil 2. Müxtəlif nümunə hazırlığı şəraitinin dializatlarda olan elementlərin konsentrasiyası: (a) toqquşma yuvası olmadıqda, (b) toqquşma yuvası olduqda.

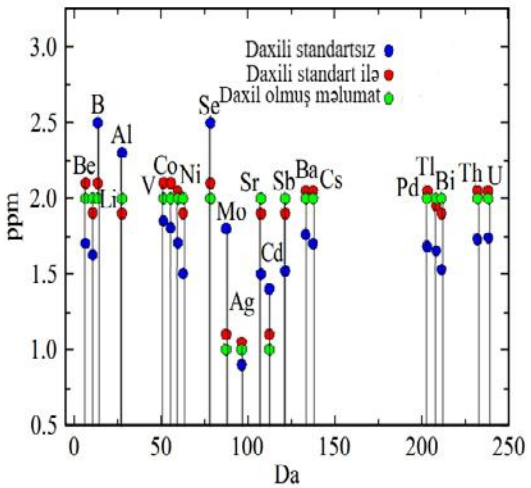
Şəkil 3-də oksigenin plazmaya əlavə edilməsindən əvvəl (şəkil 3a) və sonra (şəkil 3b) üç xəstənin sidik tərkibinin analiz nəticələri göstərilmişdir. Şəkildən aydın olur ki, oksigen əlavə edildikdən sonra elementlərin konsentrasiyası artmışdır. Bu, konusların səthinə çökən üzvi birləşmələrin miqdarının azalması ilə izah olunur, bu da konuslardan keçən ionların sayını artırır. Qan, biotibbi tədqiqatlarda ənənəvi biomaterialdır və onun analizi üçün bir neçə üsul ədəbiyyatda təsvir edilmişdir. Qanın bir çox üzvi birləşmələrlə zəngin olması və birbaşa analizin düzgün olmaması səbəbindən, daha dəqiq nəticələr əldə etmək və İƏP-KS-də qeyri-spektral matris effektinin təsirini azaltmaq üçün daxili standart metodundan istifadə etmək vacibdir[27].



Şəkil 3. Üç pasiyentin sidik tərkibinin analizinin oksigen əlavəsindən əvvəl (a) və sonra (b) olan göstəricilər.

Daxili standart (DS) seçiminin əsas qaydaları aşağıdakılardır:

- Analiz edilən nümunədə DS-nin mövcud olmaması;
- DS izotopunun atom kütləsinin analitin kütləsi ilə uyğunsuzluğu;
- DS-nin ionlaşma potensialının (İP) analitin İP-a yaxın olması;
- Analiz edilən maddədə DS izotopunun olmaması.



Şəkil 4. Daxili standart (DS) olaraq rodium (Rh) istifadə etməklə və istifadə etmədən qanda ölçülən elementlərin konsentrasiyası.

Bu, bioloji mayelərin analizi zamanı daxili standartın (DS) seçiminin çətinliyini vurğulayır. DS-nin əlavə edilməsi nümunənin çirklənməsinə və spektral, əsasən qeyri-spektral matris effektlərin yaranmasına səbəb ola bilər. Bəzi müəlliflər plazma qazından və ya analiz edilən məhlulun matrisindən yaranan çoxatomlu ionların (məsələn, Ar^{2+}, ArO^{+}, N_2^{+}) DS kimi istifadə edilməsini tövsiyə edirlər. DS-dən tam imtina instrumental sürüşməyə yol açdığından, ən azı bir DS-nin istifadəsi tövsiyə olunur. Müxtəlif atom kütlələrinə malik analitlər üçün bir DS seçmək çətin olduğundan, daha dəqiq nəticələr üçün cihazın parametrlərini dəyişmək, məsələn, generatorun gücünü artırmaq və arqon qazının sürətini azaltmaq da məsləhət görülür [25]. Aparılan təcrübələr göstərib ki, cihazı köklədikdən sonra müxtəlif atom kütlələrinə malik analitlər üçün bir daxili standart (DS) seçmək mümkündür. Təbii rodium (Rh) elementi, izobar interferensiyadan azad olduğundan, DS kimi seçilir. Təbii rodium yalnız sabit 103Rh izotopundan ibarətdir, bu da onu izotopik olaraq saf element halına gətirir.

Şəkil 4-də daxili standart (DS) olaraq rodium (Rh) istifadə etməklə və istifadə etmədən qanda ölçülən elementlərin nəticələri göstərilir. Nəticələrdən görünür ki, Mn, Ag, Cd, Sb, Pb kimi elementlər üçün DS olmadan düzgün qiymətləndirmə əldə olunmayıb, bu da spektral matris effektinin təsiri ilə izah olunur. Düzgünlüyü yoxlamaq üçün DS olaraq 100 mM konsentrasiyada natrium (Na) elementi əlavə edilmişdir.

Təcrübə nəticələri göstərdi ki, natrium (Na) əlavəsi analizin nəticələrinə heç bir dəyişiklik etməmişdir. Əksinə, nümunəyə rodium (Rh) əlavə edildikdə əldə edilən nəticələr kalibrləmə məhlulunun həqiqi tərkibinə daha yaxın olmuşdur. Bu, natriumun plazmanın temperaturunu dəyişdirməsi ilə izah edilə bilər. Natrium atomları aşağı ionlaşma potensialına malik olduğundan, yüksək temperaturlu plazmaya daxil olduqda tez ionlaşır, bu da elektronların konsentrasiyasını artırır. Nəticədə, plazma elektronlarla zənginləşir və daha yüksək ionlaşma potensialına malik elementlər ionlarla rekombinasiya olunaraq neytrallaşır, bu da plazmanın temperaturunu və müsbət ionların sayını azaldır.

3. Nəticələr

- Bioloji mayelərin analizində spektral matris interferensiyaları helium qazı əlavə etməklə aradan qaldırıla bilər, bu da mikrodalğalı və birbaşa seyrəltmə üsulu ilə əldə olunan nəticələrin bir-birinə yaxınlaşmasına səbəb olur.
- Hemodializ zamanı mis və sink kimi elementlərin yuyulması immun sisteminin zəifləməsinə səbəb ola bilər; əldə olunan nəticələr xəstələrin bədənində itirilmiş elementləri bərpa etməyə kömək edir.
- Sidik, turşu ilə minerallaşma etmədən, sadəcə deionlaşdırılmış su ilə 10 dəfə durulaşdıraraq analiz edilə bilər.
- Arqon plazmasına 1−3% oksigen əlavə etməklə qeyri-spektral matris effektini minimuma endirmək mümkündür.
- Qan, üzvi maddələrin biotibbi tədqiqində əsas biomaterialdır; buna görə də, analiz edilən məhlulları hazırlayarkən dəqiq nəticələr üçün daxili standart (DS), məsələn, rodium istifadə etmək vacibdir.

[1] *A.A. Kozhin, B.M. Vladimirsky*. Ekologiya cheloveka, 20 (9), 56, 2013. (in Russian) DOI: 10.17816/humeco17318.

[2] *B. Bocca, A. Alimonti, O. Senofonte, A. Pino, N. Violante, F. Petrucci, G. Sancesario, G. Forte*, J. Neurological Sci., 248 (1−2), 23, 2006. DOI: 10.1016/j.jns.2006,05.007

[3] *T.K. Nurubeyli, K.Z. Nuriev, Z.K. Nurubeyli*. Tech. Phys., 64 (6), 909, 2019. DOI: 10.1134/S1063784219060148

[4] *J.S. Park, J.Y. Ryu, H.-K. Jeon, Y.J. Cho, Y.A. Park, J.-J. Choi, J.-W. Lee, B.-G. Kim, D.-S. Bae. J. Gynecol.* Oncol., 23 (3), 190, 2012. DOI: 10.3802/jgo.2012.23.3.190.

[5] *M. Kantola, R. Purkunen, P. KrOger, A. Tooming, J. Juravskaja, M. Pasanen, K. Seppanen, S. Saarikoski, ¨ T. Vartiainen*. Environmental Res., 96 (1), 51, 2004. DOI: 10.1016/j.envres.2004.03.003

[6] *R. Brodzka, M. Trzcinka-Ochocka, B. Janasik.* Intern. J. Occupational Medicine and Environmental Health, 26 (2), 302, 2013. DOI: 10.2478/s13382-013-0106-2

[7] *D. Dudek-Adamska, T. Lech, T. Konopka, P.Koscielniak.* ´ Biolog. Trace Element Research, 199, 2138, 2021. DOI: 10.1007/s12011-020-02347-w

[8] *T.K. Nurubeyli*. Tech. Phys., 65 (12), 1963, 2020. DOI: 10.1134/S1063784220120166

[9] *T.K. Nurubeyli, Kh.N. Ahmadova*. Intern. J. Modern Phys. B, 35 (05), 2150094, 2021. DOI: 10.1142/S0217984921500949

[10] *T.K. Nurubeyli, Z.K. Nurubeyli, K.Z. Nuriyev*. Tech. Phys., 62 (2), 305, 2017. DOI: 10.1134/S1063784217020220
[11] *I. G.Venkatesh, K.S. Subramanian, J.R. Woittiez*. Element Analysis of Biological Samples (CRC Press, USA, 1997. DOI: 10.1201/9781003068358
[12] *C.S. Kira, A.M. Sakuma, N. Cruz Gouveia*. J. Appl. Pharm. Sci., 4 (5) 39, 2014. DOI: 10.7324/JAPS.2014.40507
[13] *K.L. Pei, D.W. Kinniburgh, L. Butlin, P. Faris, D. Lee, D.A. Marshall, M.C. Oliver, R. Parker, J.N. Powell, P. Railton, J. Smith*. Clin. Biochem., 45 (10−11), 806, 2012. DOI: 10.1016/j.clinbiochem.2012.03.025
[14] *I. Blas Bravo, R.S. Castro, N.L. Riquelme, C.T. D´ıaz, D.A. Goyenaga. J. Clinic*. Biochem., 21 (1), 14, 2007. DOI: 10.1016/j.jtemb.2007.09.017
[15] *J. Rambouskova, A. Krskova, M. Slavıkova, M. ´ Cejchanova, K. Wranova, B. Prochazka, M. ´ Cerna*. Arch. Gerontol. Geriat., 56 (2), 389, 2013. DOI: 10.1016/j.archger.2012.11.002
[16] *S. D'Ilio, F. Forastiere, A. Draicchio, C. Majorani, F. Petrucci, N. Violante, O. Senofonte.* Ann. Ist. Super Sanita,´ 49 (1), 24, 2013.
[17] *N.B. Ivanenko, A.A. Ivanenko, N.D. Solovyev, A.E. Zeimal, D.V. Navolotskii, E.J. Drobyshev*. Talanta, 116, 764, 2013. DOI: 10.1016/j.talanta.2013.07.079
[18] *G. Li, J.D. Brockman, Sh.-W. Lin, C.C. Abnet, L.A. Schell, J.D. Robertson*. Am. J. Anal. Chem., 3 (9), 646, 2012. DOI: 10.4236/ajac.2012.39084
[19] *B. Bocca, R. Madeddu, Y. Asara, P. Tolu, J.A. Marchal, G. Forte. J. Trace Elem*. Med. Biol., 25 (1), 19, 2011. DOI: 10.1016/j.jtemb.2010.12.004
[20] *M. Krachler, K.J. Irgolic.* J. Trace Elem. Med. Biol., 13 (3), 157, 1999. DOI: 10.1016/S0946-672X(99)80006-6
[21] *E.H. Evans, J.J. Giglio*. J. Anal. At. Spectrom., 8 (2), 1, 1993.
[22] *T.W. May, R.H. Wiedmeyer*. Atom. Spectrosc., 19 (5), 150, 1998.
[23] *D.C. Gregoire, R.E. Sturgeon*. Spectrochim. Acta. Part B, 48 (11), 1347, 1993.
[24] *I.F. Seregina, S.Yu. Lanskaya, O.I. Okina, M.A. Bol'shov, S.M. Lyapunov, O.L. Chugunova, A.S. Foktova.* J. Analyt. Chem., 65, 964, 2010. DOI: 10.1134/S1061934810090133
[25] *W.J. McShane, R.S. Pappas, V. Wilson-McElprang, D. Paschal.* Spectrochim. Acta Part B, 63 (6), 638, 2008. DOI: 10.1016/j.sab.2008.03.016
[26] *D. Profrock.* Appl. Spectr. 66 (8), 843, 2012. DOI: 10.1366/12-06681
[27] *Ch. Agatemor, D. Beauchemin.* Anal. Chim. Acta., 706 (1), 66, 2011. DOI: 10.1016/j.aca.2011.08.027
[28] *B. Gulson, K. Mizon, A. Taylor, M. Korsch, J.Stauber, J.M. Davis, H. Louie, M. Wu, L. Antin.* J. Trace Elem. Med. Biol., 22 (3), 206, 2008. DOI: 10.1016/j.jtemb.2008.04.001
[29] *H.-Ch W. Stavros, R.K. Bonde, P.A. Fair. Mar. Pollut.* Bull., 56 (6), 1215, 2008. DOI: 10.1016/j.marpolbul.2008.03.035

N.Sh. Jafar

Influence of matrıx effects on analysıs of bıologıcal fluıds by ınductıve coupled plasma mass spectrometry method.

In the study, the influence of matrix effects on the detection limit of components during the analysis of biological fluids was investigated, and a comparison of sample preparation with direct dilution and mineralization methods was made. The results show that the decrease in the resolution of the device due to the influence of organic solvents is related to the reduction of the diameters of a number of parts of the analyzer, including the sampler and skimmer holes. To reduce the influence of the organic components of the analyzed solutions, two methods, microwave and simple decomposition, have been proposed. Here the advantages of simple dilution are highlighted. At the same time, it was noted that the acid mineralization method of biological fluids, especially during blood analysis, is used as an optimal method to eliminate various organic matrix and reduce biohazard. The article explains the possibility of using internal standards to eliminate matrix effects and obtain more accurate results. The obtained results provided important information for the analyst-experimenters to evaluate and increase the accuracy level, and at the same time for the doctors to restore the important elements lost in the patient's body during dialysis.