

尿中锰的等离子发射光谱测定法

Determination of urinary manganese with ICP (inductively coupled plasma) technique

宋为丽, 段奇翠

SONG Wei-li, DUAN Qi-cui

(武汉市职业病防治院, 湖北 武汉 430071)

摘要: 采用等离子发射光谱法测定尿中锰含量。本法检出限为 $0.1 \mu\text{g/L}$, 精密密度为 $0.7\% \sim 1.9\%$, 回收率为 $86.9\% \sim 110.7\%$ 。各项指标均达到要求。

关键词: 等离子发射光谱; 尿锰

中图分类号: O614.711 文献标识码: B

文章编号: 1002-221X(2007)02-0129-01

人体排出的尿锰不仅有无机化合物形式而且也有有机化合物形式。尿锰目前还没有标准分析方法, 最常见的分析方法有化学法、原子吸收光谱法, 但这两种方法都存在着灵敏度低、操作繁琐、分析所需样品量大的不足。本研究根据《生物材料中有毒物质分析方法手册》中规定的研制准则, 采用尿样经酸化后直接进行等离子发射光谱测定, 方法灵敏、准确, 各项技术指标均达到要求。现介绍如下。

1 实验方法

1.1 原理

将高频震荡电流耦合到导电气体, 使交流电流能量转变为焦耳热而形成的高温等离子体炬。当样品溶液在雾化器中被雾化后, 被载气带入高温的等离子体炬中, 这时样品中激发的各种元素的原子或离子可发射出各自的特征光谱线, 依据这些特征光谱线, 可以进行定性或定量的元素分析。

1.2 仪器与试剂

PE-2000 电感耦合等离子体原子发射光谱仪 (美国 PE 公司)。实验用水为全玻重蒸水; 锰标准溶液 ($1000 \mu\text{g/ml}$); 锰标准应用液 (0.5 mg/L), 硝酸 (G.R)。比色管 (10 ml)。所用器皿均用 1:1 硝酸浸泡过夜, 冲洗干净晾干。

1.3 样品的采集与保存

用聚乙烯塑料瓶收集一次尿样, 常温下带回实验室, 测量相对密度。按 10% 的比例加入硝酸, 冰箱保存。

1.4 样品的处理

取样品 5 ml 于比色管中加 0.5 ml 硝酸用水定容至刻度。

1.5 工作曲线的制备

取正常人混合尿样 5 ml 分别于 6 支比色管中加锰标准应用液 0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80 ml, 各加 0.5 ml 硝酸, 用水定容至刻度。标准系列为 0、5.0、10.0、20.0、30.0、40.0 $\mu\text{g/L}$ 。

1.6 仪器工作条件

等离子体气高频发生器功率 1200 W, 频率 40.6 MHz, 等

离子体气流量 15 L/min, 辅助气流量 0.2 L/min, 炬管雾化气流量 0.8 L/min, 蠕动泵流量 1.5 ml/min。

1.7 测定

制备好的工作曲线参照仪器操作条件, 将等离子发射光谱调至最佳工作状态, 每个浓度测定 3 次, 以辐射强度均值对相应的锰浓度绘制工作曲线。样品的测定同标准。

2 结果与讨论

2.1 工作曲线线性

将制备好的工作曲线按照测定步骤进行反复测定, 尿锰工作曲线在 $0 \sim 40.0 \mu\text{g/L}$ 范围内, 相关系数 $r=0.9992$, 回归方程为 $y=1320.8+4013.3x$ 。

2.2 方法精密密度及检出限

将 5.0、20.0、40.0 $\mu\text{g/L}$ 3 种浓度的锰标准溶液分别测定 6 次, 结果如表 1, 变异系数分别为 1.3%、1.9%、0.7%。检出限以空白测定 11 次, 以 3 倍的标准差计算得出 ($0.1 \mu\text{g/L}$)。

表 1 方法精密密度

$\mu\text{g/L}$

浓度	1	2	3	4	5	6	均值	CV (%)
5.0	4.56	4.63	4.78	4.72	4.73	4.83	4.70	1.3
20.0	21.9	22.1	22.8	22.8	22.0	22.7	22.4	1.9
40.0	42.0	41.5	41.9	42.2	42.2	41.7	41.9	0.7

2.3 回收率

将含锰量不同的尿样挑选出浓度接近者, 按锰浓度的高低制备高、中不同浓度的混合尿样进行加标。加标回收率见表 2, 测定回收率高、中浓度分别为 96.5%~101.5%、86.9%~110.7%。

表 2 样品加标回收率

$\mu\text{g/L}$

样品浓度	加标浓度	加标后浓度						均值	平均回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6		
14.5	10.0	24.6	25.1	23.2	25.1	25.6	23.3	24.5	99.7
46.2	20.0	65.7	65.5	66.5	65.7	65.6	66.0	65.8	100.4

2.4 样品存放实验

将几份尿样混合制备成一个合并尿样, 分成 4 组, 每组 6 个, 放于冰箱中保存。于当天及第 3、7、14 天各分析一组, 各组均值与当天分析均值比较, 结果样品在冰箱中可保存 7 d。

2.5 干扰实验

将制备好的已知浓度的混合尿样分成若干份, 选择尿样可能共存的某些物质做为干扰物, 吸光度值作为观察指标。本次选择 Fe^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 、 As^{2+} 、 Hg^{2+} , 1 mg/L 的 Fe^{2+} 、 As^{2+} 、 Cu^{2+} , 10 mg/L Zn^{2+} , 0.2 mg/L 的 Pb^{2+} 、 Hg^{2+} 离子不干扰测定。

收稿日期: 2005-03-28; 修回日期: 2005-08-16

作者简介: 宋为丽 (1964-), 女, 副主任技师。