· 监测与检验 ·

电感耦合等离子体发射光谱法测定发铝分析

Hair aluminum analysis with inductive coupled plasma emission spectrography (ICPES)

孙世宏, 朱琳, 湛社霞, 连瑞雪

SUN Shihong ZHU Lin ZHAN Shexia LIAN Ruixue

(广州市天河区疾病预防控制中心, 广东 广州 510635)

摘要: 用电感耦合等离子体发射光谱法测定人发中铝的含量, 同时采用微波消解系统对样品进行前处理。该方法快速、准确、可靠。

关键词: 电感耦合等离子体发射光谱; 铝; 发; 微波消解

中图分类号: O612.3 **文献标识码:** B

文章编号: 1002-221X(2007)06-0414-02

电感耦合等离子体发射光谱法具有检出限低、精密度高、分析速度快、线性范围宽等特点。同时采用微波消解法, 样品在全密封的高压密闭消解罐中进行高温高压消化。样品消解快, 试剂消耗少, 空白低, 减少样品挥发损失, 降低了污染

回收率高。我们应用该法测定人发铝含量, 现报告如下。

1 实验方法

1.1 仪器与试剂

电感耦合等离子体发射光谱仪 (美国 Leeman公司), E-thos高压密闭微波消解系统 (意大利 Milestone公司), MilliQ超纯水装置 (法国 Millipore公司), 铝标准储备溶液 (100 mg/ml), GBW (E) 080219 (国家标准物质中心), 铝标准使用溶液: 将铝标准储备液用 2% 硝酸稀释成浓度 10 mg/ml, 其他试剂均为优级纯。

1.2 仪器操作条件

见表 1。

表 1 铝的测定条件

工作气体	高频发生器功率	辅助气流量	泵速	输入压力	冷却气流量	雾化压力	分析谱线	观测方法
氩气	1.1 kW	0.1 L/min	0.8 ml/min	0.55 MPa	18 L/min	49 PSI	308.2 nm	水平观测

1.3 样品预处理

取样品提供者后枕部离头皮 2~5 cm 处头发 3~5 g^[1], 用 5% 高富力洗洁精浸泡 20 min 后用自来水冲洗干净, 再用去离子水冲洗 6~8 次, 于 105℃ 烘箱中烘 4 h, 移出放入干燥器中自然冷却。用手术剪刀剪成 3~5 mm 备用。

1.4 样品消解

称取已经预处理过的发样 0.5 g 于高压密闭消解罐中, 同时加入 4 ml HNO₃, 1 ml H₂O₂, 放入微波消解系统中消解。具体程序: 10 min 升温到 200℃, 控温 200℃ 消化 20 min, 消化结束后卸压, 转移消解液于 50 ml 聚四氟乙烯烧杯中, 在电热板上控温蒸发除去 NO₂, 用 2% HNO₃ 定容至 10 ml 容量瓶中, 待测。同时做空白实验。

1.5 测试

设定优化好的测定条件, 在校正汞灯、离子炬观测位置及光源后, 分别测试空白液、标准液和样品溶液的谱线发射强度。

2 结果

2.1 检出限与精密度实验

在本法规定的条件下, 对样品空白液进行 10 次平行测定, 按 3 倍标准差给出方法的检出限为 0.007 μg/ml, 对同一份样品连续测定 6 次, 计算出相对标准偏差为 1.83%。

2.2 不同前处理方法比较

将两份发样分别采用微波消解和电热板湿法消化两种前处理方法的回收率进行比较, 两种前处理方法的回收率都较好。但微波消解法消解快, 试剂消耗少, 而且节省了人力。结果见表 2。

表 2 两种消化方式的回收率比较 μg/g

发样	湿法消化			微波消化			
	本底测定值	加标量	测定值 回收率 (%)	本底测定值	加标量	测定值 回收率 (%)	
发样 1 (n=3)	1.00	4.76	94.0	1.00	4.73	96.0	
	3.82	5.00	9.01	103.8	3.77	5.00	8.89
	10.00	13.60	97.8	10.00	14.20	104.3	
发样 2 (n=3)	1.00	9.15	106.0	1.00	9.02	97.0	
	8.09	5.00	12.90	96.2	8.05	5.00	13.20
	10.00	18.50	104.1	10.00	17.90	98.5	

2.3 标准物质的测定

用本法对国家标准物质人发 (GBW09101) 中铝含量进行测定, 结果为 14.1 μg/g 与标准值 [13.3 ± 2.3 (μg/g)] 吻合。

2.4 样品测定结果

用本法对天河区 35 名 12~15 岁中学生做了发样分析, 测得发铝含量为 1.35~11.8 μg/g。

3 讨论

3.1 共存元素的光谱干扰

在 ICP 中, 样品被等离子体间接加热, 这种加热方式使

收稿日期: 2006-11-23 修回日期: 2007-03-15

作者简介: 孙世宏 (1968-), 女, 主管技师, 从事理化检验工作。

样品组分的改变对 ICP电子参数影响很小。样品在高温区作用时间长,能保证试样完全解离,从而消除了由分子和原子团引起的干扰,电离干扰可以忽略不计。另外,由于所使用的 Leeman直读中阶梯光栅 ICP有较好的分辨和色散能力,因此极大地避免了光谱干扰。在选择测定光谱线波长时,考虑谱线强度和可能存在的光谱干扰,被测元素采用背景校正。

3.2 化学干扰

化学干扰一般来自于基体的酸度,过强的酸度会抑制响应的灵敏度。这一点可通过调节样品的酸度克服,样品和标准溶液均用 2% HNO₃ 定容。

3.3 最佳工作条件的选择

雾室压力过大或过小时,雾化效果不好,影响测定结果精

密度,可通过观察 H-G双铂网雾化器是否细雾状喷雾来确定雾室压力。样品用垂直观测方式测定时精密度不佳,因而选择水平观测方式。冷却气、泵速对测定结果没有明显影响。

3.4 样品防污染措施

铝为最易污染的元素之一,为保证实验结果的可靠,本实验所用器皿均用 5% HNO₃ 浸泡 3 d 每天更换一次新酸。使用前用去离子水冲洗干净。样品用微波消解系统消解,不但用酸量少,而且减少了污染的可能性。此外操作每一步骤以及实验环境均应防尘和防污,以保证分析结果的可靠。

参考文献:

- [1] 鲁长豪. 生物材料检验 [M]. 成都: 四川科学技术出版社, 1990: 3.

火焰原子吸收法测定尿锰探讨

Discussion on urinary manganese determination with flame atomic absorption spectrography

武景福, 张爱霞, 武和平

WU Jing-fu ZHANG Ai-xia WU He-ping

(三门峡市疾病预防控制中心, 河南 三门峡 472000)

摘要: 采用火焰原子吸收法测定尿锰, 该方法的线性范围为 0~200 ng/ml 检出限 3.5 ng/ml 回收率 97.8%~104.5%, 批内、批间 RSD<10%。本法尿样处理简单, 分析速度快, 适用于重点人群普查、职业中毒初筛。

关键词: 尿样; 锰; 火焰原子吸收法

中图分类号: O614.711 **文献标识码:** B

文章编号: 1002-221X(2007)06-0415-02

测定尿锰的方法有化学分光光度法、微分电位溶出法、火焰及石墨炉原子吸收法等, 它们各有其应用特点, 也存在尿样用量大、需消化、前处理费时、背景干扰等不同缺点。采用快速火焰原子吸收法测定尿锰, 简化了操作程序, 提高了检验效率, 其检出限及准确度均能满足需要, 现报告如下。

1 材料与与方法

1.1 原理

尿样经过酸化, 加入释放剂、增感剂、非离子型表面活性剂, 使其保持与标准系列较一致的物理特性, 然后进行火焰原子吸收测定。

1.2 仪器、器材

TAS986原子吸收分光光度计, KY-1型锰元素空心阴极灯, 10 ml 容量瓶等。

1.3 试剂

盐酸: ρ_{20} (HCl) = 1.19 g/ml GR 氯化镧溶液: ρ (LaCl₃) = 100 g/l OP乳化液: φ (Triton X-100) = 10%; 丙酮溶液: 含量不小于 99.5%, AR 锰标准溶液: GBW (E) 080157 稀释成 ρ (Mn) = 1 μ g/ml 介质 φ (HNO₃) = 1%

1.4 仪器操作条件

原子吸收仪波长 279.5 nm 带宽 0.2 nm 灯电流 5.0 mA 背景扣除用氘灯; A-Ac 火焰, 乙炔流量 1.600 ml/min 空气压力 0.25 MPa 火焰高度 9.0 mm 测定用 AAW 软件, 连续测定方式, 重复测定 2 次, 间隔 1 s 信号处理积分时间 2 s 滤波系数 0.10

1.5 分析步骤

1.5.1 尿样处理 取尿样 5.00 ml 加入盐酸 0.25 ml 氯化镧溶液 0.20 ml OP乳化剂 0.20 ml 丙酮 0.70 ml 混匀待测。

1.5.2 标准系列 取 10 ml 容量瓶 6 只, 分别加入 0, 0.40, 0.80, 1.20, 1.60, 2.00 ml 锰标准液, 加水至 3 ml 加入盐酸 0.40 ml 氯化镧溶液 0.30 ml OP乳化液 0.30 ml 丙酮 1.00 ml 最后定容至刻度, 混匀配成浓度为 0, 40, 80, 120, 160, 200 ng/ml 标准系列, 以浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制标准工作曲线。

1.5.3 计算公式 ρ (Mn) = $\frac{m \times 6.35 \times 1000}{5.00 \times 1000}$

式中: ρ (Mn) —— 尿样中锰含量, μ g/l; m —— 标准曲线查得值, ng/ml

2 结果与讨论

2.1 线性范围

尿锰标准曲线线性范围为 0~200 ng/ml 直线回归方程为 $Y=2.877.7X-1.6187$ 相关系数可达 0.9993~0.9999 直线斜率在 2.800~2.900 之间。

2.2 灵敏度及检出限

用本法测定条件, 锰的 1% 灵敏度 (特征浓度) 为 15 ng/ml 对空白溶液进行 11 次测定, 标准差为 0.0004 经计算其检测限为 3.5 ng/ml 与文献^[1]报道基本相同。

2.3 精密度实验

收稿日期: 2006-12-28 修回日期: 2007-05-27

作者简介: 武景福 (1965-) 男, 副主任技师, 从事卫生检验工作