

石墨炉原子吸收光谱法测定尿中镍

邢文

(大连市甘井子区疾病预防控制中心理化科 辽宁省大连市山东路 193 号 116031)

摘 要 用 PE AA 600 石墨炉原子吸收光谱仪测定尿中镍, 并探讨相关实验条件。取尿样 0.5 mL, 用 0.2% 硝酸处理后, 用具横向加热石墨炉原子化器 (THGA) 系统和纵向 Zeeman 效应背景校正的 PE AA 600 石墨炉原子吸收光谱仪, 全自动进样和添加基体改进剂进行测定。检出限为 $1.5 \mu\text{g/L}$, 相对标准差 (RSD) 在 0.952%—6.329% 之间, 回收率在 87.6%—106.9% 之间。结果表明, 本法简单实用, 稳定性好, 有可靠的精密度和准确度, 是一种理想的尿中镍测定方法。

关键词 石墨炉原子吸收光谱法, 镍, 基体改进剂, 尿

中图分类号: O 657.31 文献标识码: B 文章编号: 1004-8138(2007)03-0338-03

1 前言

现行的尿中镍的标准检测方法有原子吸收光谱法和分光光度法。其中石墨炉原子吸收光谱法灵敏度高, 但背景吸收和基体干扰较大。迄今用石墨炉原子吸收光谱法测定尿中镍的报道很少。本文采用硝酸镁作为基体改进剂, 以塞曼效应扣背景, 对尿中镍的测定方法进行了探索研究。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

AA Analyst 600 型原子吸收光谱仪, 附 AS 800 自动进样器 (美国 PE 公司); 镍空心阴极灯 (北京有色金属研究总院); 镍标准溶液 GBW 08618: $1000 \mu\text{g/mL}$ (国家标准物质研究中心); 1% 硝酸镁 (优级纯); 按常规配制; 0.2% 硝酸 (优级纯); 按常规配制。

2.2 仪器工作条件

波长 232.0 nm, 光谱通带 0.2 nm, 灯电流 25 mA, 塞曼效应扣背景, 进样体积 20 μL , 基体改进剂 5 μL 。石墨炉升温程序如表 1。

表 1 石墨炉升温程序

步骤	温度 (°C)	时间 (s)	氩气流量 (mL/min)
干燥 1	120	5, 20	250
干燥 2	150	15, 20	250
灰化	1000	20, 20	250
原子化	2300	0, 5	0
清洗	2500	1, 3	250

2.3 实验方法

2.3.1 样品的采集、运输和保存

用经硝酸处理过的一次性塑料杯收集尿样, 按 10 mL 尿样加入 0.1 mL 浓硝酸的比例, 使其 $\text{pH} < 2$, 摇匀后倒入 10 mL 有盖聚乙烯塑料管中于 4 °C 条件下运输, 保存在 -20 °C 冰箱中, 待测。

联系人, 电话: (0411) 86502674; E-mail: wen_x@21cn.com

作者简介: 邢文 (1979—), 女, 辽宁省大连市人, 检验师, 从事理化检验工作。

收稿日期: 2007-01-26; 接受日期: 2007-02-26

2 3 2 校准曲线的绘制

临用前,用 0.2% 硝酸和正常人混合尿样以 4 : 1 的比例将镍标准溶液稀释成 10.0 μg/L 的镍标准使用液,经仪器自动稀释为 0.025、5.0、7.5、10.0 μg/L,并添加 1% 硝酸镁 5 μL,按所选仪器条件测定其吸光度。

2 3 3 样品的处理及测定

取 0.5 mL 尿样,加入 2.0 mL 0.2% 硝酸,混匀。用测定标准系列的操作条件测定样品溶液。

2 3 4 计算

按下式计算尿样中镍的浓度: $C = C_1 \times k \times 5$

式中: C ——尿样中镍的浓度 (μg/L); C_1 ——由校准曲线得的镍浓度; k ——尿样换算成标准比重下的浓度校正系数; 5——尿样稀释倍数。

3 结果与讨论

3 1 样品前处理方法的选择

本方法的前处理方法的优化实验当中,发现盐酸对实验的影响较大,而硝酸则取得了较好的效果,这是因为含氧酸有助于消除无火焰原子吸收光谱测定中的干扰^[1]。本文经实验选用 0.2% 硝酸。

3 2 石墨炉升温程序的选择

干燥条件的选择直接影响分析结果的重现性^[2]。为了避免在干燥过程中,溶液暴沸,采用了两步干燥的办法。灰化及原子化温度的选择非常重要,这决定测试结果的精密度和准确度^[3]。最佳灰化温度和原子化温度的选择见图 1。

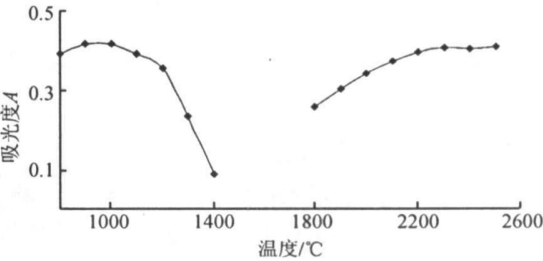


图 1 最佳灰化温度和原子化温度的选择

3 3 精密度实验

本文对 3 份不同尿样进行测定,其结果见表 2。

3 4 回收率实验

本文分别对 3 份不同尿样进行了加标回收实验,其回收率在 87.6%—106.9% 范围内。结果见表 3。

表 2 精密度实验结果 (n= 6)

样品	样品含量 (μg/L)			平均值 (μg/L)	RSD (%)
尿样 1	2.040	2.229	2.418	2.178	6.329
	2.063	2.191	2.128		
尿样 2	4.354	4.507	4.551	4.419	4.026
	4.570	4.094	4.437		
尿样 3	9.680	9.889	9.850	9.857	0.952
	9.938	9.929	9.855		

表 3 回收率实验结果

样品	样品含量 (μg)	加标量 (μg)	测定总值 (μg)	回收率 (%)
尿样 1	0.02178	0.05	0.07294	102.3
	0.02178	0.1	0.11701	95.2
尿样 2	0.04419	0.05	0.08945	90.5
	0.04419	0.1	0.1350	94.3
尿样 3	0.09857	0.05	0.14238	87.6
	0.09857	0.1	0.20554	107.0

3 5 基体改进剂

基体改进剂可增加基体成分挥发性,达到消除或减少基体的挥发及气相干扰,也可降低待测元

素挥发性,使原子化温度升高,待测元素与基体干扰物质更有效的分离^[4]。本文用 1% 硝酸镁为基体改进剂时灰化温度可提高到 1000 ,效果理想。

3.6 方法的检出限

经测量得出尿中镍标准系列浓度-吸光度校准曲线,并连续测量 11 次空白溶液的吸光度,然后计算 3 倍 11 次测量的标准偏差,可得到本方法分析线的检出限为 $1.5\mu\text{g/L}$ 。

4 结论

将尿样经过处理后,用 PE AA 600 石墨炉原子吸收光谱仪测定尿中镍。本法简单实用、稳定性好、有可靠的精密度和准确性,是一种较理想的尿中镍测定方法。

参考文献

- [1] 徐伯洪, 闫慧芳. 工作场所有害物质监测方法[M]. 北京: 中国人民公安大学出版社, 1994
- [2] 姜颖虹. 石墨炉原子吸收光谱法测定水产品及其饮用水中的铬[J]. 中国食品卫生与健康, 2004, 2(3): 74—76
- [3] 方荣主编. 原子吸收光谱法在卫生检验中的应用[M]. 北京: 北京大学出版社, 1991. 90—94
- [4] 沈彤. PE AA 800 石墨炉原子吸收光谱仪测定全血铅[J]. 中国卫生检验杂志, 2001, 11(5): 526—527.

Detem ination of Nickel in Urine by GF-AAS

X NG W en

(Ganjingzi District Center for Disease Control and Prevention of Dalian, Dalian, Liaoning 116031, P. R. China)

Abstract 0.5 mL urine was digested by 0.2% nitric acid, then automatically introduced with matrix modifier, and measured by PE AA 600 atomic absorption spectrometer. The detection limit is $1.5\mu\text{g/L}$ with relative standard deviation (RSD) of 0.952%—6.329% and recovery rate of 87.6%—106.9%. The method is satisfactory for the determination of nickel in urine.

Key words GF-AAS, Nickel, Matrix Modifier, Urine

关于赠送作者样刊和发放稿酬的通知

各有关作者:

从 2007 年第 1 期起,本刊赠送作者发表自己论文的当期刊物(样刊),均按篇赠送 2 本样刊,用普通印刷品邮寄给作者联系人,遗失不补(因系赠品)。若遗失或作者另有需要,请在发表之日起 2 个月之内汇款购买(第 1 期 70 元/本;其余 40 元/本,免收挂号邮寄费),逾期不再办理。

由于普通印刷品邮寄的送达时间不稳定,若作者急需,请预交特快专递费(30 元/件)。

给作者发放的稿酬均邮寄给联系人,请各位联系人接到邮局通知后,务必及时到邮局领取。若 2 个月未领,被邮局退回,本刊不再补发。

特此通知

《光谱实验室》编辑部

汇款购买地址:北京市 81 信箱 66 分箱 刘建林,邮编:100095