

石墨炉原子吸收法测定尿锑

The Graphite Furnace Atom Absorbent Method to Measure Sb in Urine

肖梅, 韦国铭, 苏旭, 杨洁芳, 陈福明

XIAO Mei, WEI Guo-ming, SU Xu, YANG Jie-fang, CHEN Fu-ming

(广西职业病防治研究所, 广西南宁 530021)

(Guangxi Institute for the Prevention and Treatment of Occupational Diseases, Nanning, Guangxi, 530021, China)

摘要:采集锑接触作业人员尿样,以铜作为基体改进剂,用原子吸收分光光度计(石墨炉)测定尿的锑含量。结果建立了尿中锑的石墨炉原子吸收测定法。该方法线性范围为 $0\sim 100\mu\text{g/L}$,最低检出浓度为 1.75ng/ml ,回收率为 $101.0\%\sim 102.8\%$,相对标准偏差 2.2% 。该方法的线性好,精密度和准确度好,对于锑接触者的尿中锑含量测定明显高于非接触者。

关键词:原子吸收法 石墨炉 锑 尿

中图分类号:O657.31 文献标识码:A 文章编号:1002-7378(2006)S0-0439-02

Abstract: Build up the graphite furnace atom absorbent method to measure Sb in urine. Collect the urine sample, use copper as the matrix improvement, use the atomic absorption light photometer (the graphite furnace) to measure. The method's linearity scope is $0\sim 100\mu\text{g/L}$, the lowest checked density is 1.75ng/ml , the recovery rate is $101.0\%\sim 102.8\%$, the opposite standard deviation is 2.2% . The linearity of the method is well, the precision and accurate degree is good, the measurement of the Sb consistency in the urine of the Sb contact is obviously higher than the consistency in the intact.

Key words: atom absorb method, graphite furnace, Sb, urine,

金属锑为银白色,质硬,有光泽鳞片状结晶(常制成棒块、粉末等多种形状)。锑通常用于制造低熔点合金、金属涂料、锑化合物等。在采矿、冶炼、磨粉、筛分、配料、搅拌等生产过程中,作业工人接触到锑或其化合物的金属烟尘或灰尘,可以因为大量吸入而引起中毒。为了保证作业人员的身体健康,职业体检中通过尿锑的测定可以发现是否由于生产防护措施缺乏,以及防护意识不足引起的急性或慢性锑中毒。本文用铜作基体改进剂,通过标准曲线法直接测定尿中锑含量,样品无需前处理,实验程序简单,结果令人满意。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

SOLAAR M6 原子吸收分光光度计(美国热电公司提供)、KY-1 型锑空心阴极灯、热解涂层石墨管、微量移液器。

1.2 试剂

锑标准储备液 $1\text{ml}=100\mu\text{g}$,由国家标准物质研究中心提供。临用时用水稀释成 $1\text{ml}=1.0\mu\text{g}$ 的锑标准溶液。

基体改进剂:称取 $2.683\text{g CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,用少许水溶解,定溶至 100ml 。此溶液 $1\text{ml}=10\text{mg Cu}$ 。

硝酸:GR(天津市科密欧化学试剂开发中心)。

本实验用水均为双蒸去离子水,所用的聚乙烯瓶和玻璃器皿均用 20% 硝酸浸泡过夜,再用水冲净后晾干备用。

1.3 样品的采集

用聚乙烯瓶采集尿样约 100ml, 尽快测量比重, 然后加硝酸使其酸浓度为 1%(V/V), 保存于 4℃ 冰箱中。

1.4 仪器工作条件

波长 217.6nm, 狭缝 0.5nm, 灯电流 9.6mA, 氦气流量 0.2L/min, 原子化阶段停气, 塞曼效应扣背景。石墨炉条件: 干燥 90~100℃, 30s; 灰化 1000℃, 25s; 原子化 2100℃, 3s; 清洗 2700℃, 3s。

1.5 标准曲线制备

取 3~5 份正常人尿液混合后, 加硝酸酸化备用, 按表 1 制备标准系列。按仪器工作条件进样 10 μ l 测定各管的吸光度, 各管的吸光度减去“0”管的吸光度后制备标准曲线。

表 1 制备铈标准曲线的标准系列

管号	铈浓度 (μ g/L)	铈标准液 (ml)	水 (ml)	基体改进剂 (ml)	混合尿 (ml)
0	0	0	0.80	0.20	1.00
1	20	0.04	0.76	0.20	1.00
2	40	0.08	0.72	0.20	1.00
3	60	0.12	0.68	0.20	1.00
4	80	0.16	0.64	0.20	1.00
5	100	0.20	0.60	0.20	1.00

1.6 尿样测定

尿样充分混匀后, 取 1.0ml 于具塞离心管中, 加基体改进剂 0.20ml, 加水 0.80ml, 混匀, 同时制备试剂空白管。按仪器工作条件进样 10 μ l 测定吸光度。样品的吸光度减去试剂空白吸光度后, 由标准曲线求得样品铈的浓度。

2 结果与分析

2.1 灰化温度选择

对灰化温度从 800~1200℃ 进行的试验结果表明, 灰化温度在 1000℃ 时吸光度最大, 1100℃ 开始下降, 所以本试验灰化温度采用 1000℃。

2.2 原子化温度选择

对原子化温度从 1900~2400℃ 进行的试验结

果表明, 原子化温度大于 2000℃ 后趋于稳定。本实验采用原子化温度为 2100℃。

2.3 基体改进剂浓度选择

实验结果表明, 在含有 80 μ g/L 铈的尿样中, 铜含量在 500~1500mg/L 时吸光度是稳定的, 考虑到尿液成份的复杂性, 本实验的测试样品中铜浓度采用 1000mg/L 作为基体改进剂。

2.4 线性范围与检出限

实验用混合尿液加铜基体改进剂制备的标准曲线测试样品中铈的浓度为 0~100.0 μ g/L, 得到的回归方程为 $Y = 0.003112 + 0.01286x$, $r = 0.9990$ 。检出限为 1.75ng/ml。

2.5 回收率与精密度实验

取一混合尿进行加标回收试验的结果显示, 铈的回收率为 101.0%~102.8% (铈加入量为 20~100 μ g/L)。

取混合尿进行 6 次重复测定的标准偏差为 0.0065, 相对标准偏差为 2.2%。

2.6 尿样保存

尿样用聚乙烯瓶采集酸化后于冰箱中保存至第 1 天、第 7 天、第 14 天进行测定的结果无明显差异。说明酸化尿样于 4℃ 冰箱中至少可以保存 2 周。

2.7 实例应用

本方法应用于某化工厂接触三氧化二铈工人的尿铈测定, 铈浓度为 12.1~387.7 μ g/L, 同时测定非接触人员 30 人尿中铈的含量 (0.05~3.70) μ g/L。接触人员尿铈浓度明显高于非接触人员。

3 结束语

本实验以混合尿匹配基体制作标准曲线, 以铜作为基体改进剂, 建立了尿铈的石墨炉原子吸收测定方法, 并应用于接触三氧化二铈作业工人的尿样测定, 还与非接触人群进行了比较。结果得出接触三氧化二铈人员的尿铈浓度明显高于非接触人员。本方法简便、准确, 可以用于铈作业工人尿铈测定。

(上接第 438 页)

从表 3 可以看出, 测定结果与标准值相符, 结果准确。

3 结束语

本试验采用高频红外碳硫分析仪测定氧化铈精

矿和硫化铈精矿中的硫含量, 测量时间短、操作简便, 准确度和精密度都达到了化学分析的要求。

参考文献:

- [1] GB/T15080.8-1994. 铈精矿化学分析方法——硫量的测定[S].