

石墨炉原子吸收法测定尿铬含量

铬是人体必需的微量元素,同时又是有害元素,尿铬的测定对生理,病理研究,环境质量评价,职业病诊断具有重要意义.本文采用基体匹配法配置标准曲线,石墨炉法测定尿铬含量,20 μ L 进样检出限 8.6Pg,回收率 92-101%.本方法操作简便,结果准确,能适用于大批量的卫生检查.

一. 仪器及试剂

- AA7003 型原子吸收分光光度计,北京东西分析仪器有限公司生产。
铬空心阴极灯,北京东西分析仪器有限公司生产。
普通热解涂层石墨管。
UW-7500 型超纯水装置,北京东西分析仪器有限公司生产.
- 硝酸,优级纯,北京化工厂生产。
- 铬工作溶液:用 0.2% HNO_3 稀释 1000mg/L 铬储液至 0.1mg/L 工作液。

二. 尿铬校准标准系列

按下表配制尿铬校准系列溶液:取 5 支带盖塑料离心管,编为 0~4 号,按下表各项加入相应溶液及正常人尿后,摇匀,按仪器分析条件制作校准曲线。

校准曲线程序会自动扣除空白管(0 管)消光值。

管 号	0	1	2	3	4
铬工作液, mL	0.00	0.05	0.10	0.15	0.20
25%硝酸, mL	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
正常人尿, mL	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
纯水, mL	0.25	0.20	0.15	0.10	0.05
铬含量, $\mu\text{g/L}$	0	5	10	15	20

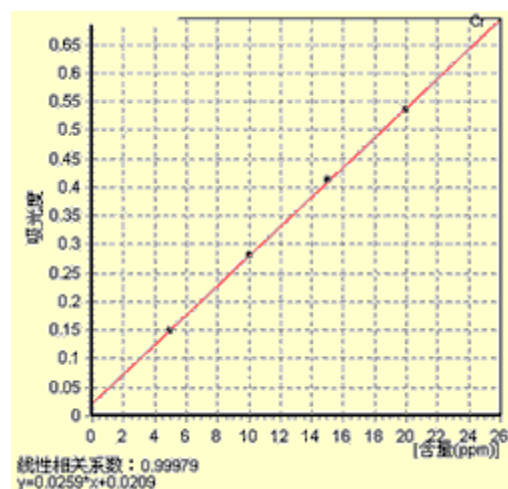


图 A

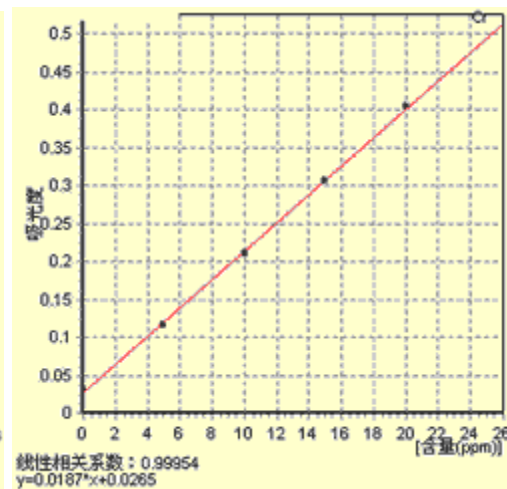


图 B



注:A 图是按照上表曲线配制法测定的曲线;B 图是标准溶液没有加入尿基体.

三. 尿样分析

尿液按每升加一毫升硝酸的比例防腐,冷藏保存。分析前取出自然升至室温,摇匀后(注意不要起过多泡沫!)按照标准曲线 0 管制备分析样品。

四. 仪器分析条件

1. 仪器条件:

分析波长: 357.87nm, 光学带宽:0.2nm,

铬灯电流:2mA, 背景扣除方式:氘灯,氘灯电流:100mA.

2. 石墨炉工作条件:

氩气: 内气流 200mL/分钟, 外气路 1.5 升/分钟。

石墨炉自动进样器进样或手动进样均可。进样量 20 μ L。

石墨炉升温程序如下表:

Id	步骤名称	起始温度	终止温度	升温时间	内气路	模式
1	干燥	50	120	60	打开	功率
2	干燥	120	120	15	打开	功率
3	灰化	120	1250	15	打开	功率
4	灰化	1250	1250	8	打开	功率
5	灰化	1250	1250	3	关闭	功率
6	原子化	2700	2700	2	关闭	功率
7	清除	2800	2800	3	打开	功率
8	冷却	0	0	30	关闭	功率

五. 回收率试验

使用一份正常人尿加入两种标准铬量获得的回收量见下表。表中单位: μ g/L

样品号	本底值		加标量	测得值		回收率, %	
	A 剂	B 剂		A 剂	B 剂	A 剂	B 剂
1	6.77	7.01	5	11.4	11.6	92.6	92
			10	16.9	16.3	100.1	93

六. 讨论

1. 铬元素的灰化温度较高,不用加任何基体改进剂铬元素在 1250 温度下没有损失.
2. 北京东西电子生产的普通热解石墨管既能很好的进行铬的测定,从而大大的降低了耗材成本。
3. 如 A,B 图标准曲线,从曲线上浓度对应的消光值可以看出,加入了尿基体的样品消光值大于没有加入尿基体的消光值,所以,如果曲线配制时不加入尿基体,会大大影响测定结果的准确性.



七. 参考文献

- ①. 线引林.生物材料中有毒物质分析方法手册, 北京.人民卫生出版社, 1994, 136。
- ②. 李金泰等.石墨炉原子吸收法直接测定尿铬, 工业卫生与职业病, 1989 (15), 3。
- ③. 陈树榆等. 尿中铬的原子吸收法测定, 上海环境科学, 1990, 9 (10), 22。