

## 原子吸收法对头发中锌含量的测定方案

### 引言

锌在人和其它动物体内具有重要功能，它对生长发育，创伤愈合，免疫预防都有重要作用。人发中锌含量多少，标志着人体中微量锌含量是否正常。因此，分析人发中的锌具有重要意义。一般正常人的头发中锌含量在 103-361 ug/g 之间,少于 100ug/g 认为人体缺锌。

采用微波消解人发样品，用火焰原子吸收光谱法测定了样品中 Zn 的含量。结果表明，该法具有良好的准确度和精密度，加标回收率在 97.0% ~ 102.2% 范围内，相对标准偏差( RSD)  $\leq 1.82\%$ ，锌在人和其它动物体内具有重要功能，它对生长发育，创伤愈合，免疫预防都有重要作用。人发中锌含量多少，标志着人体中微量锌含量是否正常。因此，分析人发中的锌具有重要意义。

### 原理

湿法消化，取试样于表面皿上并用浓硝酸和氯酸来消解，于电热板上低温加热溶解，最后定容，进行锌的原子吸收光谱测定。

干法消化，准确称取上述发样于石英柑锅，放入马弗炉内恒温缓缓升温至 500 度，保温 2-3，待碳质机物完全被破坏及灰化后，取出稍冷，加入浓硝酸于电热板上低温加热溶解，最后定容，进行锌的原子吸收光谱测定。

发样经过洗涤、干燥处理后，称取一定量发样采用硝酸-高氯酸消化处理，将其微量锌以金属离子状态转入到溶液中，然后，按常规原子吸收光谱分析中的工作曲线法进行分析。

### 仪器设备与试剂材料

美析 AA-1800C 六灯座单火焰原子吸收光谱仪,乙炔钢瓶;无油空气压缩机;空心阴极灯，

100mL 的烧杯 ( 2 个), 电动搅拌器, 烘箱, 干燥器, 表面皿, 电热板, 25mL 容量瓶 8 个, 100mL 容量瓶, 250mL 烧杯, 移液管( 1mL, 2mL, 5mL, 20mL 各一支) 试剂 1mg/mL-1 锌标准溶液: 准确称取 0.2000g 金属锌于 250mL 烧杯中, 用 30~40mL (1+1) 盐酸使其溶解后, 煮沸几分钟, 冷却, 移入 200mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 备用。

浓硝酸、1%高氯酸, 均为分析纯, 去离子水

## **实验步骤**

### **发样采集与准备**

用不锈钢剪刀剪取发样, 要贴近头皮剪并弃去发梢, 取发量 1lg 左右, 然后剪成 1cm 左右长。

将发样放入 100mL 的烧杯中, 用 1%的洗发精浸泡, 搅拌 30 分钟, 自来水冲洗 20 遍, 蒸馏水洗 5 遍, 再用去离子水洗涤 5 遍, 于 65~67°C 的烘箱中干燥 4 小时, 取出后放入干燥器中保存备用。

### **消化处理**

称取上述处理过的发样 0.2000g 于 100mL 锥形瓶中, 加入 5mL 浓硝酸, 盖上短颈漏斗, 在电热板上低温加热消解, 待完全溶解以后, 然后逐滴加入高氯酸 1mL, 再置于电热板上继续加热, 温度控制在 140~160°C, 待冒白烟至溶液余 0.5mL 左右 ( 不可蒸干 ), 取下冷却后, 加入 10mL 水煮沸数分钟再至干, 放冷, 反复处理两次后用去离子水将其移入 25mL 容量瓶中, 稀释至刻度摇匀。移取 2.5mL 配制好的样品溶液于 25mL 容量瓶中, 稀释至刻度摇匀待测。

### **标准系列溶液的配制**

移取 10mL 1mg/mL-1 锌标准溶液于 100mL 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。

此溶液锌的浓度为  $100\text{mg/mL}$ 。再移取  $10\text{mL}$  浓度为  $100\text{mg/mL}$  锌标准溶液于  $100\text{ mL}$  容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。此溶液锌的浓度为  $10\text{mg/mL}$ 。分别移取  $10\text{ug/mL}$  锌标准溶液  $0.00, 0.25, 0.50, 0.75, 1.00, 1.25\text{mL}$  于  $25\text{mL}$  容量瓶中用  $1\%$  高氯酸溶液稀释至刻度摇匀,浓度为  $0.0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5\text{ug/mL}$ 。与试样溶液同时测定。

### 试液的测定

将处理好的试样及空白溶液,按以下仪器工作条件与标准系列一起进行测定,记录其吸光度。仪器工作条件:波长  $213.9\text{nm}$  灯电流  $3\text{mA}$  狭缝宽度  $0.2\text{mm}$  燃烧器高度  $7\text{mm}$ , 空气流量  $450\text{L}\cdot\text{h}^{-1}$ , 乙炔流量  $70\text{L}\cdot\text{h}^{-1}$ 。

由计算机计算绘图可得标准曲线的方程为:  $y=0.31114x-0.00862$  相关系数  $R^2=0.9978$   $R=0.9989$

本次实验测得稀释 10 倍后样品的锌浓度为  $0.359\text{ug/mL}$ , 即原样品溶液中锌浓度为  $0.359 \times 10 = 3.59\text{ug/mL}$

即头发样品中锌的含量为  $3.59\text{ug/mL} \times 25\text{mL} \div 0.2\text{g} = 448.75\text{ug/g}$

(一般正常人的头发中锌含量在  $150\text{-}200\text{ ug/g}$  之间,少于  $100\text{ ug/g}$  认为人体缺锌,大于  $250\text{ ug/g}$  也属正常。)

### 实验总结

1) 本次实验中存在的不足在于:

①实验要求消解液冷却后要加入  $10\text{mL}$  水再微沸至近干,并重复处理两次,但在实验过程中,我们只处理了一次。因此可能导致样品消解不充分。

②使用湿法消解头发样品后,溶液呈浅黄色,这是因为溶液中溶有二氧化氮,并存在有机杂质,这说明样品未消解完全。这些杂质在火焰中会造成背景干扰,数据中浓度为

0.000ug-mL<sup>-1</sup> 的吸光度为-0.005，也说明了测定过程中存在背景干扰。

③一般正常人的头发中锌含量在 103-361 u g/g 之间，本次测定结果是本次实验测定头发中的锌含量偏高，一个重要的原因是由于待测试样中可能含有有机物，测量锌的波长在近紫外区，而有一些有机物在近紫外区也有吸收，测量锌的含量时受到的干扰比较大，从而导致吸光度偏高，测定结果也相应偏高。

④在第一次实验中，所用锌标准溶液的系列浓度为 0.0,0.1,0.2,0.3,0.4,0.5ug/mL<sup>-1</sup>，测定吸光度时，发现标准曲线向浓度轴偏离，导致线性关系差，说明此组锌的标准溶液系列浓度偏高。溶液浓度过高，会导致自吸现象严重，因此须重新配制溶液再测定。在第二次实验中，所用锌标准溶液的系列浓度为 0.0,0.1,0.2,0.3,0.4,0.5ug/mL<sup>-1</sup>，所得标准曲线的线性关系较好。

2)用于实验用的头发最好是从枕部距发根 1~3cm 处的发样。发样在消解前要用 1%的洗发精浸泡，搅拌 30 分钟，自来水冲洗 20 遍，蒸馏水洗 5 遍，再用去离子水洗涤 5 遍，以保证头发样品中的污垢和油脂能较充分除去。

3) 本实验采用湿法消解头发样品，在消解过程中要在锥形瓶上盖上短颈漏斗，以防加高氯酸时溶液发生爆沸。也可将高氯酸溶液逐滴滴入样品溶液中，也可防止爆沸。

## 关于美析

美析主营光谱类仪器可见分光光度计、紫外可见分光光度计、原子吸收光谱仪、超微量分光光度计、原子荧光光度计、ICP 电感耦合等离子体发射光谱仪、ICP 电感耦合等离子体质谱仪，目前，我们的产品已广泛应用于有机化学、无机化学、生物化学、医药、环保、冶金、石油、农业等领域。同时美析利用在产品机械结构、光学设计、电气应用和软件开发方面积累的丰富经验，结合市场的最新实际需求，近期将陆续推出一批全新的分析类仪器。