

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% HNO_3 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% HNO_3 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 $\text{RSD} < 10\%$ 。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: $\rho_{\text{HCl}} = 1.19 \text{ g/ml}$ GR 氯化镧溶液: $\rho(\text{LaCl}_3) = 100 \text{ g/l}$ OP乳化液: $\varphi(\text{Triton X-100}) = 10\%$; 丙酮溶液: 含量不小于 99.5%, AR 锰标准溶液: GBW(E)080157 稀释成 $\rho(\text{Mn}) = 1 \mu\text{g/ml}$ 介质 $\varphi(\text{HNO}_3) = 1\%$

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 91.1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 $\rho(\text{Mn}) = \frac{m \times 6.35 \times 1000}{5.00 \times 1000}$

式中: $\rho(\text{Mn})$ ——尿样中锰含量, $\mu\text{g/L}$ 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 0.999 3~0.999 9 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 0.000 4 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

取高、中、低 3 种浓度, 每种浓度分析 3 个尿样, 连续重复 6 批, 各种浓度尿样在批内、批间 RSD 均小于 10%, 结果见表 1。

表 1 尿样精密度实验结果 ng/ml

批次	低浓度		中浓度		高浓度	
	$\bar{x} \pm s$	RSD (%)	$\bar{x} \pm s$	RSD (%)	$\bar{x} \pm s$	RSD (%)
1	36.6 ± 0.1	0.2	55.6 ± 1.1	2.0	85.5 ± 4.9	5.8
2	36.3 ± 0.4	1.0	54.3 ± 0.9	1.7	86.0 ± 1.4	1.6
3	35.4 ± 0.8	2.4	54.7 ± 0.8	1.5	87.0 ± 1.4	1.6
4	34.8 ± 0.7	2.0	55.3 ± 0.1	0.2	86.5 ± 3.5	4.1
5	35.2 ± 0.1	0.2	55.0 ± 0.1	0.2	86.0 ± 4.2	4.9
6	37.2 ± 1.1	3.0	55.6 ± 0.2	0.4	86.0 ± 4.2	4.9
批间	35.9 ± 0.9	2.6	55.1 ± 0.5	0.9	86.2 ± 0.5	0.6

2.4 回收实验

在尿样中分别加入高、中、低 3 种浓度的标准液, 每组连续重复测 3 批, 计算平均回收率, 一般在 97.8% ~ 104.6% 之间, 结果见表 2。

表 2 尿样加标回收实验结果 (n=12)

本底值 (ng/ml)	加标值 (ng/ml)	测定均值 (ng/ml)	RSD (%)	回收率 (%)
5.7	25.0	31.5	2.2	103.2
14.4	75.0	90.0	2.2	100.8
25.5	150.0	175.1	0.7	98.4

2.5 样品稳定性实验

用聚乙烯瓶收集新鲜合并尿样, 按总体积的 1% 加入浓盐酸, 分成 3 组, 4℃ 冰箱保存, 与当天、3 d、7 d 各分析一组, 结果见表 3。可见, 低温放置的酸化尿样于一周内测定, 对结果的影响不大, 但对于出现浑浊尿样, 则需慎重应用。

表 3 周内 3 次测定尿样结果

时间	n	$\bar{x}$	s	RSD (%)
当天	12	86.1	1.545	1.79
3 d	12	85.4	0.985	1.15
7 d	12	82.5	0.959	1.16

2.6 丙酮的选择及用量

由于尿样与标准液的基体不同, 直接进样时, 尿量的提升量约为 6.38 ml/min, 而标准液可达 7.32 ml/min。为此, 我们

比较了可降低实验粘度和表面张力, 且具有较强增感作用的甲醇、乙醇、丙酮等有机溶剂^[2], 其中以丙酮较突出, 加入 10% 的量可显著改善火焰的特性, 同时加入乳化剂, 可使尿样与标准液提升量基本相同, 有效地消除了物理效应引起的干扰。

2.7 试剂用量及优化

盐酸的用量既要保持尿样充分的酸化、金属的溶出, 又需使其测定不产生明显的干扰, 故选择了 4% 的酸度。在此酸度下, 对 LaCl_3 溶液及 OP 乳化剂的用量进行了 $L_4(2^3)$ 正交实验优化。尿样中酸度为 3.94%, 氯化镧、OP 乳化剂溶液比例为 3.15%, 丙酮为 11.0%, 与标准系列的 4.00%、3.00%、10.0% 基本一致。选择试剂用量的标准, 除吸光度较高外, 测定的稳定性 (RSD 较小) 也是重要依据。

2.8 关于背景的影响

在测定较浓的尿样 (相对密度较大) 时, 往往有较大的背景存在, 影响测定的准确性, 尤其在低含量时, 影响更为明显。为此, 应采取以下措施减少或消除背景干扰: (1) 测定尿样的相对密度应小于 1.030, 避免过分浓缩; (2) 尿样应清晰无浑浊, 必要时可离心; (3) 对尿样适当稀释; (4) 用氩灯进行背景扣除。

2.9 实验应用

在某汽轮机厂职工职业健康检查时, 对 154 名可能接触锰的作业工人进行尿锰测定 ($\bar{x}=36.3$, $s=10.08$)。其中电焊工 34 名, 其他工种工人 120 名, 尿锰异常率分别为 32.35% 和 15.83%, 经卡方检验 ($\chi^2=4.609$, $P<0.05$) 差异有统计学意义。

总之, 火焰原子吸收法测定尿锰具有尿样处理简单, 分析速度快, 精密度高, 选择性好等特点, 适用于职业中毒初筛、普查等工作。

参考文献:

- [1] 栾崇林, 孔丹莉. 职业性锰接触者尿锰值的火焰原子吸收光谱法检测 [J]. 广东医学院学报, 2002, 20(5): 384.
- [2] 孙汉文. 原子吸收光谱分析技术 [M]. 北京: 中国科学技术出版社, 1992: 96-99.

溶剂萃取气相色谱法测定空气中二甲基甲酰胺和二甲基乙酰胺

Simultaneous determination of dimethylformamide and N,N-dimethylacetamide in air by capillary gas chromatography with solvent extraction

朱琳, 许莹, 徐峰

ZHU Lin, XU Ying, XU Feng

(大连市疾病预防控制中心, 辽宁 大连 116021)

摘要: 用水采集作业场所空气中二甲基甲酰胺 (DMF) 和二甲基乙酰胺 (DMA), 经三氯甲烷萃取后进样, 大口径 FFAP 毛细管柱分离, 氢焰离子化检测器检测。DMF 和 DMA

的检测范围分别为 3~200 $\mu\text{g/ml}$ 、2~200 $\mu\text{g/ml}$, 相对标准偏差为 0.76%~4.9%。

关键词: DMF, DMA, 溶剂萃取, 毛细管气相色谱

中图分类号: O623.626 文献标识码: B

文章编号: 1002-221X(2007)06-0416-02

收稿日期: 2006-12-18 修回日期: 2007-02-05

作者简介: 朱琳 (1961-) 女, 理化检验主任技师, 主要从事职业卫生检测工作。