

石墨炉原子吸收光谱法测定尿中铝的方法研究

何健飞¹, 赖婧¹, 董明²

摘要: [目的] 建立石墨炉原子吸收光谱测定尿中铝的方法。[方法] 应用 0.10% 曲拉通-100(TritonX-100) 和 0.50% 硝酸直接稀释样品, 石墨炉原子吸收光谱法直接测定尿中铝的含量。[结果] 通过试验, 该方法的线性相关系数为 0.999, 检出限为 1.02 μg/L, 回收率为 91.8%~104.9%, 相对标准偏差在 3.9%~7.9%, 尿样在 4℃ 冰箱中至少可以保存 14d。[结论] 所建立的分析方法灵敏、简便、准确, 可测定尿中铝。

关键词: 石墨炉原子吸收光谱法; 尿液; 铝

Determination of Aluminum in Urine by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry HE Jian-fei¹, LAI Jing¹, DONG Ming² (1.Department of Laboratory, Qingyuan Center for Disease Control and Prevention, Guangdong 511518, China; 2.Guangdong Prevention and Treatment Center for Occupational Diseases, Guangdong 510330, China) • The authors declare they have no actual or potential competing financial interests.

Abstract: [Objective] To establish a method for determination of aluminum in urine by graphite furnace atomic absorption spectrometry (GFAAS). [Methods] Samples were diluted with 0.10% TritonX-100 and 0.50% HNO₃. Concentrations of urinary aluminum were detected by GFAAS. [Results] The correlation coefficient was 0.999, the limit of detection was 1.02 μg/L, the recovery rate ranged from 91.8% to 104.9%, with the relative standard deviation of 3.9%-7.9%. The urine samples could be stored at 4℃ for at least 14 days. [Conclusion] The method is sensitive, convenient, and accurate, and thus can be used to determine aluminum in urine.

Key Words: graphite furnace atomic absorption spectrometry; urine; aluminum

铝是人体必须微量元素之一。测定尿中铝的含量对人体中铝的代谢状况等指标的评价具有重要的实际意义。在预防医学中, 吸入铝的粉尘和烟尘能引起“铝尘肺”^[1]。因此, 准确地测定尿中铝含量非常必要。目前, 尿中铝的测定方法主要以原子吸收光谱法^[2-5]为主, 电感耦合等离子体质谱法也有应用^[6]。由于电感耦合等离子体质谱仪价格昂贵, 使用成本高, 不易推广, 且不同实验室, 由于原子光谱系统、实验试剂来源和背景校正方法等不同, 对实验条件的要求就有所不同^[7]。本研究采用 0.10% 曲拉通-100(TritonX-100) 和 0.50% 硝酸(HNO₃) 直接稀释样品, 对石墨炉原子吸收光谱法测定尿样中铝的方法进行研究, 为制定行业标准提供参考。

1 材料与方法

1.1 仪器和试剂

石墨炉原子吸收光谱仪(美国瓦里安技术中国有限公司, AA240), 具石墨炉装置、背景校正装置和自动进样装置。

铝空心阴极灯(北京有色金属研究院); 热解涂层石墨管(美国瓦里安技术中国有限公司); 旋涡振荡器(德国艾卡 [IKA] 集团, MS3 basic)。硝酸(优级纯、广州试剂厂); 曲拉

通-100(TritonX-100)(西陇化工股份有限公司); 铝标准溶液 [GBW(E) 080219 中国计量科学研究院]。

1.2 测定条件

参照下列仪器操作条件(表 1), 将原子吸收分光光度计调整到最佳测定状态。

表 1 尿铝测定参考条件

仪器条件		石墨炉条件			
		步骤	温度 (℃)	升温时间 (s)	氩气 (mL/min)
波长(nm)	309.3	干燥	85	5.0	0.30
狭缝(nm)	0.5	干燥	95	10.0	0.30
灯电流(mA)	10	干燥	120	10.0	0.30
进样量(μL)	10	灰化	1000	15.0	0.30
积分模式	峰面积	灰化	1400	15.0	0.30
扣背景	塞曼扣背景	灰化	1400	3.0	0.00
石墨管类型	热解涂层	原子化	2400	0.8	0.00
加热方式	纵向加热	原子化	2400	2.0	0.00
—	—	除残	2500	3.0	0.30

1.3 标准溶液

铝标准贮备液和标准应用液: 用硝酸(HNO₃) 溶液将 100.0 μg/mL 铝标准溶液逐级稀释成 10.0 μg/mL 铝标准贮备液, 临用时用 0.10% TritonX-100 和 0.50% HNO₃ 混合溶液将铝标准贮备液稀释成 0.50 μg/mL 铝标准应用液。

1.4 样品前处理

尿样用 0.10% TritonX-100 和 0.50% HNO₃ 直接稀释 5 倍后, 用旋涡振荡器混匀后备用。当测定职业铝接触者尿中铝时, 若

DOI: 10.13213/j.cnki.jeom.2014.0115

[作者简介] 何健飞(1980—), 男, 学士, 副主任技师; 研究方向: 理化检验; E-mail: 57141478@qq.com

[作者单位] 1. 清远市疾病预防控制中心检验科, 广东 511518; 2. 广东省职业病防治院, 广东 510330

尿中铝浓度超过本法测定范围的上限时,尿样需稀释 5 倍以上。

1.5 标准曲线的线性范围

采用基体匹配来配制标准曲线,可由仪器自动配制,设置加样程序,仪器自动将铝标准应用液、非职业接触者混合尿、0.10%TritonX-100 和 0.50% HNO_3 混合溶液稀释成标准曲线,见表 2。按上述仪器操作条件测定各标准溶液的光密度,标准管的光密度值减去空白管的光密度值作为纵坐标,以标准管的铝浓度为横坐标,绘制标准曲线。计算出回归方程为 $\hat{y}=0.003\ 3x+0.030\ 4$,相关系数为 0.999,线性范围为 1.02~50.0 $\mu\text{g/L}$ 。

表 2 尿铝标准曲线的配制(尿样 5 倍稀释)				
管号	铝标准应用液(mL)	混合尿(mL)	稀释剂(mL)	铝含量($\mu\text{g/L}$)
0	0.00	0.20	0.80	0.00
1	0.01	0.20	0.79	5.00
2	0.02	0.20	0.78	10.00
3	0.04	0.20	0.76	20.00
4	0.06	0.20	0.74	30.00
5	0.08	0.20	0.72	40.00
6	0.10	0.20	0.70	50.00

2 结果

2.1 最低检出浓度

按研制单位提供的样品前处理方法,连续测定 10 次空白溶液,由测量值计算其浓度和标准差,按照 3 倍标准差计算检出限为 1.02 $\mu\text{g/L}$,以尿样稀释 5 倍计,最低定量浓度为 5.10 $\mu\text{g/L}$ 。

2.2 精密度

将非职业接触者混合加标尿分成 4 瓶,每瓶 50 mL,一瓶作为本底尿,其他 3 瓶分别加入 0.25、0.50、1.00 mL 铝标准贮备液(10.0 mg/L),配制成低、中、高浓度的样品,加标浓度分别为 50、100、200 $\mu\text{g/L}$ 。在 3 d 内进行 6 次重复测定,作为方法批间精密度,相对标准偏差为 3.9%~7.9%,见表 3。

表 3 尿铝的批间精密度实验($n=6$)							
样品加标浓度($\mu\text{g/L}$)	测定结果($\mu\text{g/L}$)						相对标准偏差(%)
	1	2	3	4	5	6	
混合尿+50	86.4	94.2	82.4	86.5	73.5	84.6	7.9
混合尿+100	131.4	137.5	127.6	120.7	132.6	139.5	5.2
混合尿+200	237.5	229.7	215.4	235.6	228.6	240.1	3.9

2.3 准确度

将非职业接触者混合加标尿分成 4 瓶,每瓶 50 mL,一瓶作为本底尿,其他 3 瓶分别加入 0.25、0.50、1.00 mL 铝标准贮备液(10.0 mg/L),加标浓度分别为 50、100、200 $\mu\text{g/L}$ 。每种浓度测定 6 次,计算样品加标回收率为 91.8%~104.9%,见表 4。

表 4 尿铝的回收率实验($n=6$)								
样品加标浓度($\mu\text{g/L}$)	测定结果($\mu\text{g/L}$)							回收率(%)
混合尿	37.5	38.2	35.4	29.6	34.2	35.1	35.0	—
混合尿+50	81.7	85.2	71.6	82.9	77.2	86.8	80.9	91.8
混合尿+100	127.6	135.4	120.3	124.6	135.4	132.5	129.3	94.3
混合尿+200	241.5	256.2	234.4	231.7	256.1	248.7	244.8	104.9

2.4 样品稳定性

向非职业接触者混合尿中加入 0.50 mL 铝标准贮备液(10.0 mg/L),用聚乙烯瓶盛装,分成 4 组,每组 6 个样品,放置于 4℃冰箱中保存,分别在配制当天、第 3 天、第 7 天和第 14 天测定样品,以当天测定结果为基准,计算存放不同时间下的样品浓度的下降率。试验结果见表 5,尿铝样品在 4℃冰箱中至少可以保存 14 d。

表 5 尿铝的稳定性实验($n=6$)		
测定时间	测定结果($\mu\text{g/L}$)	下降率(%)
当天	129.3	—
第 3 天	123.4	4.6
第 7 天	126.2	2.4
第 14 天	122.6	5.2

2.5 干扰实验

进行多种元素对本测定方法的干扰实验,结果发现当尿铝浓度为 129.3 $\mu\text{g/L}$ 时,2000 $\mu\text{g/L}$ 的镁(Mg^{2+})、钠(Na^{+})、钾(K^{+})、钙(Ca^{2+})、锌(Zn^{2+})、镉(Cd^{2+})、铅(Pb^{2+})、铜(Cu^{2+})、氯(Cl^{-})对测定不产生干扰,200 $\mu\text{g/L}$ 镍(Ni^{2+})、锰(Mn^{2+})、铬(Cr^{3+})对测定不产生干扰。

2.6 样品检测

根据以上条件,测定由清远市疾病预防控制中心门诊部提供的餐饮类健康体检人群尿液样品 30 份。结果表明,30 份尿样中铝的含量在 1.02~50.30 $\mu\text{g/L}$ 。

3 讨论

结果表明,本研究采用 0.10%TritonX-100 和 0.50% HNO_3 直接稀释样品,用石墨炉原子吸收光谱法测定尿中铝,灰化温度为 1400℃,原子化温度为 2400℃。在该条件下,方法检出限为 1.02 $\mu\text{g/L}$,回收率为 91.8%~104.9%,精密度(相对标准偏差)为 3.9%~7.9%,样品稳定时间在 14 d 内,可满足检测要求。

·作者声明本文无实际或潜在的利益冲突。

参考文献:

[1] 郭智勇,何玉华,张海燕,等.石墨炉原子吸收法测定人血清和尿中铝[J].中国卫生检验杂志,2001,11(3): 311.

[2] 丁文军,朱清华.石墨炉原子吸收法测定尿液中微量铝[J].中华预防医学杂志,1996,30(2): 116-117.

[3] 顾向荣,刘若曼.石墨炉原子吸收光谱法测定人尿中痕量级铝的研究[J].铁道劳动安全卫生与环保,1998,25(2): 131-134.

[4] 张立忠,章京,张立力,等.人尿中铝含量的原子吸收测定方法研究[J].中国卫生检验杂志,1992,2(3): 150-153.

[5] 仲立新,班永宏.恒温平台石墨炉原子吸收法直接测定尿液中的铝[J].卫生研究,2011,40(2): 236-237.

[6] 刘志权,李月欢,徐淑暖,等.电感耦合等离子体质谱法测定尿中铝方法的研究[J].中国卫生检验杂志,2009,19(10): 2307-2309.

[7] 何健飞,雷霖,明剑辉.石墨炉原子吸收光谱法直接测定生活饮用水中镍[J].现代预防医学,2013,40(2): 326-327.

(收稿日期: 2013-11-20)

(英文编辑: 汪源; 编辑: 张晶; 校对: 丁瑾瑜)