



客户文章分享

原子吸收光谱

作者：

蔡金敏

李添娣

张文

何俊涛

李双凤

深圳市职业病防治院

全血中钴的复合基体改进剂石墨炉原子吸收分光光度直接测定法

引言

钴是一种比较稀有的微量元素，钴多以粉尘形式经呼吸道侵入机体，亦可经胃肠道吸收，可沉积于骨、肝、肾、脾、胰等脏器，哺乳期也可由乳汁排出。长期接触钴化物可造成呼吸道损伤，支气管炎，胸骨下疼痛，有时呕吐、肝肿大。亦可影响造血系统，并能引起皮肤损伤或过敏。我国已制订了作业场所空气中钴短时间接触容许浓度（PC-STEL）、时间加权平均容许浓度（PC-TWA）（《工作场所有害因素职业接触限值 第1部分：化学有害因素》，GBZ 2.1-2007）和工作场所空气中钴及其化合物的测定方法（GBZ/T160.8-2004），但还未制订钴的职业接触生物限值，也未制订生物样品中钴的标准检验方法。

文献中有人建立过大鼠血液的检测方法^[1]，但其样品处理过程操作比较烦琐。为了建立一个能方便地应用于钴作业工人职业卫生健康检查的血钴检测方法，我们研究了本方法。

1. 材料与amp;方法

1.1 主要仪器与试剂

1.1.1 PerkinElmer AA800 型原子吸收分光光度计带石墨炉自动进样器、钴空心阴极灯；北京友谊丹诺公司生产的YY4型横向石墨管、PE公司生产的热解平台横向石墨管。

1.1.2 硝酸（优级纯）；硝酸镁（优级纯）；Triton X-100（色谱纯）；复合基体改进剂：称取 0.3g 硝酸镁，用 0.1ml 硝酸和适量水溶解，加入 0.2ml Triton X-100，定容至 100ml，混匀备用；钴标准溶液（1000 $\mu\text{g/ml}$ ，中国标准物质研究中心），临用前，用纯水将钴标准溶液逐级稀释成钴标准应用液；实验用水为纯水。

1.2 实验方法

1.2.1 全血中钴在具有一定浓度酸溶液的复合基体改进剂中被溶出，直接进样，钴在石墨管内经干燥、灰化、高温原子化为原子态钴，钴基态原子吸收钴空心阴极灯发射的 242.5nm 共振线，其吸收强度在一定范围内与钴含量成正比，样品吸光值与标准系列比较定量。

1.2.2 样品处理 加复合基体改进剂 800 μl 于 1.5ml 聚乙烯塑料离心管中，加入 200 μl 肝素钠抗凝的血样，于旋涡混合器上混合均匀，直接用于测定。同时作样品空白。

1.2.3 标准曲线的绘制 采用标准加入法，利用仪器自动稀释钴标准应用液绘制标准曲线。各浓度点按以下仪器条件进行测定(表 1)，记录吸光度，建立直线回归方程：

表 1 血钴测定条件

仪器条件		石墨炉条件			
		步骤	温度 ($^{\circ}\text{C}$)	升温时间 (s)	停留时间 (s)
波长	242.5nm	1、干燥	室温-110	5	30
狭缝	0.2nm(L)		110-130	10	30
灯电流	20mA	2、灰化	130-450	10	10
进样量	20 μl		450-1600	10	20
载气	氩气 250ml/min	3、原子化	2400	0	3 (停气)
		4、清洗	2500	0	5
背景校正	塞曼				

2. 样品测定

按血钴测定条件（表 1）测定样品和空白，将样品管吸光度值和空白的吸光度值分别由标准曲线的直线回归方程算得钴的含量后相减，再乘上稀释倍数后即为血样中钴的浓度（ $\mu\text{g/L}$ ）。

3. 结果与讨论

3.1 复合基体改进剂的确定 文献中用于钴石墨炉原子吸收法检测的基体改进剂有 Ti、Pd(NO₃)₂、Mg(NO₃)₂、抗坏血酸、Mg(NO₃)₂+Pd(NO₃)₂、NH₄VO₃+NH₄NO₃、酒石酸+柠檬酸+抗坏血酸、Pt+抗坏血酸^[2]，在试验中，我们发现采用 3g/LMg(NO₃)₂/0.2% Triton X-100/0.1% HNO₃(V/V) 混合液作为基体改进剂（一次进样 20 μl 和稀释液 10 μl），可将灰化温度提高到 1600℃，有效地消除基体干扰，又不需使用昂贵的钯试剂。

3.2 仪器条件的确定 灰化温度在 1300℃ 以下时，背景峰较高，样品峰会出现双峰，当灰化温度升至 1600℃ 时，峰形最好、背景较低、峰面积最高，而灰化温度升至 1700℃ 时，峰面积明显下降。原子化温度在 2400℃ 时峰形最好、峰面积最大、吸光度最稳定，在 2300℃ 以下峰形较宽，2500℃ 时峰形边缘不光滑，峰面积下降。因此我们选择灰化温度 1600℃、原子化温度 2400℃ 为最佳条件。本条件对于 1.1.1 中所述两种石墨管均适用，其中 PE 公司生产的石墨管的稳定性更佳、使用寿命更长。

3.3 线性范围、检出限和特征质量 本方法的血钴浓度在 0-10 μg/L 范围内符合比尔定律，线性良好，标准曲线相关系数 $r > 0.999$ ，血钴浓度扩展到 80 μg/L 时标准曲线相关系数仍能达到 0.995 以上。以 10 次空白平行测定的 3 倍标准差计算最低检出限为 0.27 μg/L。平均特征质量为 16.3-18.8pg/0.0044 (A)。

3.4 回收试验 样品分别加入 3 种浓度(2 μg/L、5 μg/L、8 μg/L)的标准，用本法测定，回收率在 91.0-96.9% (表 3)。

表 3 加标回收实验结果(n=6)

本底	加标 2 μg/L	加标 5 μg/L	加标 8 μg/L	
平行均值 (μg/L)	0.11	1.93	4.74	7.86
回收率 (%)	—	91.0	92.6	96.9

3.5 精密度试验 分别取高、中、低三种浓度的样品进行 6 次平行测定，相对标准偏差为 3.2-4.8% (表 4)。

表 4 精密度实验结果(n=6)

序号	高浓度(μg/L)	中浓度(μg/L)	低浓度(μg/L)
平均值	8.05	5.36	2.12
S	0.38	0.17	0.079
RSD%	4.8	3.2	3.8

3.6 干扰试验 根据人血中可能含有的能干扰本测定方法的元素进行干扰试验，结果发现当血钴浓度为 4.7 μg/L 时，250 μg/ml 的钠、钾、钙、镁、铜、铬、砷，25 μg/ml 的锌、铁、镍、铅、锰、镉，2.5 μg/ml 的钨对测定均不产生干扰。

4. 结论

本实验对血中钴石墨炉分光光度法检测进行了研究，实验结果表明本方法测定的线性范围宽，相关性好，准确度、精密度高，不需进行样品前处理，操作简便，适用于全血中钴含量的测定。

参考文献

- 1.张源，林哲绚，李慧等。微量硝化-石墨炉原子吸收光谱法测定大鼠组织中的钴。分析化学，2004，32（11）：1498-1500。
- 2.毛云中，凌霞，陈屹。原子吸收光谱法检测钴的进展。理化检验-化学分册，2006，42（10）：861-864，872。

PerkinElmer, Inc.

大中华区总部
地址：上海张江高科园区李冰路67弄4号
邮编：201203
电话：(021) 3876 9510
传真：(021) 387 91316
www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表，请访问 <http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs>

©2009 PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer徽标和外观设计是PerkinElmer的注册商标。文中提及的其它非PerkinElmer及其子公司所有的其它商标均为其各自所有者的财产。PerkinElmer保留随时更改此文档的权利，恕不另行通知。对于编辑、图片或排版错误概不承担任何责任。