

文章编号: 1006-544X(2009)04-0528-03

火焰原子吸收光谱法测定人血白蛋白中的钾和钠

黄俭惠¹, 侯明², 邱丽¹, 王蒋亮¹, 施意华¹

(1. 桂林矿产地质研究院 测试中心, 广西 桂林 541004; 2. 桂林理工大学 化学与生物工程学院, 广西 桂林 541004)

摘要: 建立了火焰原子吸收光谱法测定人血白蛋白中钾和钠的分析方法。样品中加入 CsCl 消除测定 K、Na 时的电离干扰, 同时克服了试液中大量 Na 对测定 K 的干扰。由于样品中 Na 含量比较高, 在测定时选用次灵敏线 330.3 nm, 可减少稀释倍数、节省试剂。对样品进行的消化处理和非消化处理对比试验表明: 两种处理法测定结果无明显差异, 但非消化处理的测定结果精密度较高(即 RSD 小), 手续简便, 只要将样品稀释后, 加入 CsCl, 定容后即可进行测定。K、Na 的检出限分别为 0.077 8 mg/L, 1.212 mg/L; 特征浓度分别为 0.033 mg/L(1% 吸收), 2.864 mg/L(1% 吸收); 方法的精密度(RSD, n = 8)分别为 1.58% ~ 1.63% 和 1.10% ~ 1.16%, 样品加标回收率分别为 98.6% ~ 102.4%, 98.0% ~ 101.1%。

关键词: 火焰原子吸收法; 人血白蛋白; 钾; 钠

中图分类号: O657.31

文献标志码: A

人血白蛋白制剂中钾、钠离子的浓度是控制产品质量的重要指标^[1]。测定钾、钠常用的方法有火焰光度法^[2]、电感耦合等离子发射光谱法^[3]、火焰原子发射光谱法和火焰原子吸收光谱法^[4-5]等。用火焰原子吸收光谱法测定碱金属元素具有较高的准确度和灵敏度、干扰少, 消除了火焰原子发射光谱法中产生的光谱干扰, 且具有较高的测定精度^[6], 已广泛应用于各种样品的测定^[7-10]。笔者采用火焰原子吸收光谱法测定人血白蛋白中的 K、Na。选用次灵敏线 330.3 nm 来测定样品中含量较高的 Na, 消除了多级稀释带来的误差; 试验、比较了消化法处理和直接稀释两种制备试液的方法。

1 试验部分

1.1 仪器及主要试剂

HITACHI Z-5000 型偏振塞曼效应原子吸收光谱仪(日本日立公司); K 空心阴极灯(日本日立公司); Na 空心阴极灯(日本日立公司)。

主要试剂: CsCl(优级纯)溶液, 10 g/L; HNO₃、HClO₄, 优级纯; 试验用水为去离子纯净水。

1.2 仪器工作条件参数

仪器工作条件参数见表 1。

表 1 仪器工作条件

Table 1 Operating conditions of the instrument

| 元素 | 波长/ nm | 灯电流/ mA | 狭缝/ nm | 燃烧高 度/mm | 乙炔流量/ (L·min ⁻¹) | 空气流量/ (L·min ⁻¹) |
|----|-----------|------------|-----------|-------------|---------------------------------|---------------------------------|
| K | 766.5 | 7.5 | 1.3 | 7.5 | 2.4 | 13.6 |
| Na | 330.3 | 7.5 | 0.4 | 7.5 | 2.2 | 13.6 |

1.3 标准溶液制备

钾标准溶液: 准确称取 0.953 4 g(已于 105 ~ 110 °C 干燥 2 h 并于干燥器中冷却至室温)基准试剂 KCl 于 100 mL 烧杯中, 加水溶解后, 移入 500 mL 容量瓶中, 用水定容, 混匀。此溶液 $\rho(K) = 1.000$ g/L。

标准工作溶液 $\rho(K) = 100$ mg/L。

钠标准溶液: 准确称取 1.271 0 g(已于 105 ~ 110 °C 干燥 2 h 并于干燥器中冷却至室温)基准试剂 NaCl 于 100 mL 烧杯中, 加水溶解后, 移入 500 mL 容量瓶中, 用水定容, 混匀。此溶液 $\rho(Na) = 1.000$ g/L。

1.4 试验方法

收稿日期: 2008-06-19

基金项目: 广西环境工程与保护评价重点实验室研究基金项目(桂科能 0701K013)

作者简介: 黄俭惠(1965—), 女, 高级工程师, 分析专业, E-mail: Huangjiahui9338@163.com。

准确移取 2.0 mL 人血白蛋白样品于 100 mL 容量瓶中, 加入 6 mL 10 g/L CsCl 溶液, 以水定容, 混匀, 按 1.2 节仪器条件分别测定 K、Na 的吸收光值。计算机直接打印结果。

2 试验结果与讨论

2.1 消电离剂的选择

火焰原子吸收光谱法测定 K、Na 均存在电离干扰, 通常是加入其他碱金属盐作为消电离剂^[6]。本文选用 CsCl 作为 K、Na 的消电离剂。

在一组含有 2.0 mL 100 mg/L 钾工作溶液的 100 mL 容量瓶中, 加入 0 ~ 10 mL 10 g/L CsCl 溶液, 以水定容, 混匀, 按上述实验方法测定钾的吸收值。结果表明(图 1): 在 100 mL 溶液中加入 4 ~ 10 mL 10 g/L CsCl 溶液能消除 K 的电离干扰。

按上述方法考察了 CsCl 消除 Na 的电离干扰情况(图 1)。在 100 mL 溶液中加入 4 ~ 10 mL 10 g/L CsCl 溶液能消除 Na 的电离干扰。所以本文选择在 100 mL 溶液中加入 6 mL CsCl 作为 K、Na 的消电离剂。

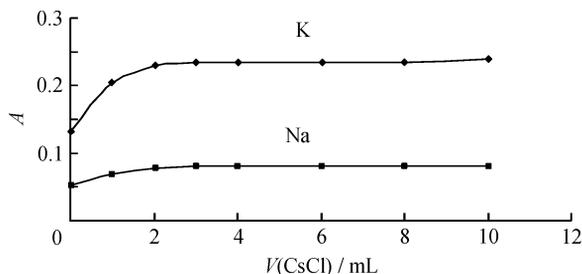


图 1 氯化铯消除电离干扰情况

Fig. 1 Situation of eliminating ionization interference by CsCl

2.2 基体 Na 的干扰及消除试验

试液中含有的 Na 对 K 的测定有干扰。试验了 K 浓度为 2 mg/L、Na 浓度为 0 ~ 5 000 mg/L 时, 基体 Na 对 K 的干扰情况。结果表明(图 2): Na 对 K 为正干扰, 且无相对稳定区间。

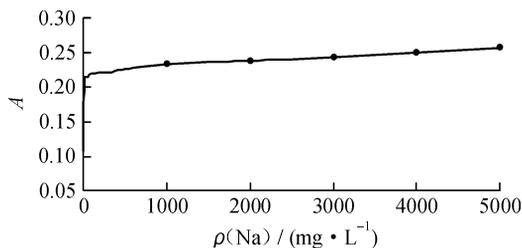


图 2 Na 对 K 的干扰

Fig. 2 Sodium interference with potassium

文献[6]指出, 加入 CsCl 可以消除 Na 对 K 的干扰, 从图 3 可以看出, 在 100 mL 溶液中含有 6.0 mL 10 g/L CsCl 溶液能消除大量 Na 对 K 的干扰。

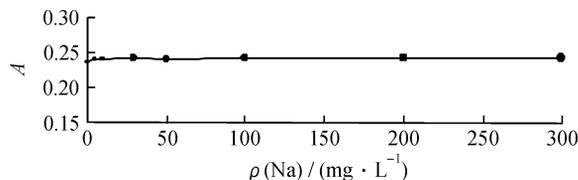


图 3 氯化铯消除 Na 对测定 K 的干扰

Fig. 3 CsCl eliminating the interference with K determination by Na

2.3 工作曲线绘制及检出

取不同量的钾标准工作溶液和钠标准溶液按上述试验方法测定钾、钠的吸收值并绘制工作曲线。

测得钾的回归方程为 $y = 0.1127x(K(I), \text{mg/L}) + 0.0094$, $r = 0.9994$ 。

钠的回归方程为 $y = 0.0014x(Na(I), \text{mg/L}) + 0.005$, $r = 0.9991$ 。

根据 11 次空白值测定结果求得方法检出限, K 为 0.0778 mg/L, Na 为 1.212 mg/L。

钾的线性范围为 0 ~ 5 mg/L, 钠的线性范围为 0 ~ 250 mg/L。特征浓度: K 为 0.033 mg/L (1% 吸收), Na 为 2.864 mg/L (1% 吸收)。

2.4 样品前处理方法的选择

生物样品中无机元素的测定, 一般要经过 $\text{HNO}_3 - \text{HClO}_4$ 消化破坏有机物后, 再制备成待测试液, 而人血白蛋白为液体状, 文献[1]是将样品直接稀释后用火焰光度法测定钾、钠。为此, 本文进行了 $\text{HNO}_3 - \text{HClO}_4$ 消解样品和直接稀释样品 50 倍两种处理样品的试验(表 2)。结果表明, 用消化法处理样品, 不但使流程空白增大, 而且使分析方法的误差 (RSD) 较直接稀释法大; 直接稀释样品 50 倍后, 待测试液中人血白蛋白并不影响火焰稳定性, 且能够使 K、Na 的浓度适合于原子吸收光谱法测定, 操作简便、节省试剂。因此, 本文采用直接稀释法制备待测试液。

2.5 不同测定方法的比较

用本文所制定的火焰原子吸收光谱法测定了人血白蛋白样品中 K、Na 含量, 并与火焰原子发射光谱法进行测定结果对照(表 3)。2 种方法的测定结果无明显差异。但本文所制定的火焰原子吸收法测定结果精密度较高, 能够满足该类样品对测定的要求。

表2 2种制备待测试液方法的比较 (n=8)
Table 2 Comparison of two preparations for test (n=8)

| 样品号 | 元素 | 直接稀释法 | | | | | 消化法 | | | | |
|--------|----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | | 平均值 | RSD/% | 回收试验 | | | 平均值 | RSD/% | 回收试验 | | |
| | | | | 加入量 | 回收量 | 回收率/% | | | 加入量 | 回收量 | 回收率/% |
| 200701 | K | 12.49 | 1.63 | 10.00 | 10.24 | 102.4 | 12.51 | 2.05 | 10.00 | 10.36 | 103.6 |
| | Na | 3.474 | 1.10 | 2.000 | 1.960 | 98.0 | 3.491 | 1.54 | 2.000 | 1.950 | 97.5 |
| 200702 | K | 6.27 | 1.58 | 7.00 | 6.90 | 98.6 | 6.29 | 1.77 | 7.00 | 6.90 | 98.3 |
| | Na | 3.556 | 1.16 | 3.500 | 3.538 | 101.1 | 3.558 | 1.25 | 3.500 | 3.520 | 100.6 |

表3 不同方法测定结果的统计 (n=8)
Table 3 Statistics of determination by different methods (n=8)

| 样品号 | 元素 | 本文制定方法 | | 火焰发射法 | |
|--------|----|--------|-------|-------|-------|
| | | 平均值 | RSD/% | 平均值 | RSD/% |
| | | | | | |
| | Na | 3.474 | 1.10 | 3.495 | 1.53 |
| 200702 | K | 6.27 | 1.58 | 6.29 | 1.76 |
| | Na | 3.556 | 1.16 | 3.550 | 1.47 |

参考文献:

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2005.
[2] 李连仲. 岩石矿物分析 [M]. 北京: 地质出版社, 1991: 226.
[3] 张卓勇, 陈杭亭, 王丹, 等. 电感耦合等离子体发射光谱法测定东北大豆中微量元素 [J]. 光谱学与光谱分析, 2002, 22 (4): 673-675.

[4] 刘立行, 刘远鹏. 消解乳化-火焰原子发射光谱法测定丁苯橡胶中钠和钾 [J]. 理化检验-化学分册, 2006, 42 (1): 29-30, 34.
[5] 白晓华, 杨旗风, 代丽萍, 等. 火焰原子吸收法测定霞石中的氧化钾和氧化钠 [J]. 光谱实验室, 2003, 20 (4): 577-579.
[6] B·威尔茨. 原子吸收光谱法 [M]. 李家熙, 陈耀惠, 郭铁铮, 等译. 北京: 地质出版社, 1985.
[7] 王晓辉, 胡晓燕, 王明海. 火焰原子吸收光谱法测定高纯氯化铷中的钠、钾 [J]. 化学分析计量, 2005, 14 (2): 48-49.
[8] 王伟, 王赫男, 马旭红. 火焰原子吸收光谱法测定长石中钾、钠 [J]. 冶金分析, 2007, 27 (11): 72-74.
[9] 覃毅磊. 火焰原子吸收光谱法测定食品中的钠、钾的含量 [J]. 东莞理工学院学报, 2005, 12 (1): 96-98.
[10] 马戈. 火焰原子吸收光谱法测定磨菇中钾、钠和铷 [J]. 分析化学, 1999, 27 (5): 614-614.

Flame Atomic Absorption Spectrometry Determination of Kalium and Sodium in Human Serum Albumin

HUANG Jian-hui¹, HOU Ming², QIU Li¹, WANG Jiang-liang¹, SHI Yi-hua¹

(1. Guilin Research Institute of Geology for Mineral Resources, Guilin 541004, China;

2. College of Chemistry and Bioengineering, Guilin University of Technology, Guilin 541004, China)

Abstract: The analysis is proposed for the determination of kalium and sodium in human serum albumin by flame atomic absorption spectrometry. CsCl is added to eliminate the ionization interference for the determination of kalium and sodium. A large amount of sodium is eliminated for the determination of kalium. The absorbing line of 330.3 nm is selected to determine sodium because of the high content of sodium in the samples. Dilution multiple is decreased and reagent is saved for the determination. The contrast examination is carried out under assimilation treatment and non-assimilation treatment condition. The examination results indicate that there is not a distinct difference in the analysis under the two conditions. The precision of the analysis result is better and the relative standard deviation (RSD) is smaller under the non-assimilation treatment condition. The samples are diluted to volume and CsCl is added. The detection limits are 0.0778 mg/L for K and 1.212 mg/L for Na. The character concentrations are 0.033 mg/L (1% absorption) for K and 2.864 mg/L (1% absorption) for Na with precision (RSD, n=8) 1.58% - 1.63% for K, 1.10% - 1.16% for Na. The recoveries of the method are 98.6% - 102.4% for K and 98.0% - 101.6% for Na.

Key words: flame atomic absorption spectrometry; human serum albumin; kalium; sodium