

# ICP-AES、GAAS 法测定人发中微量金属元素

## 一、实验目的

- 1) 了解生物样品的湿法消解;
- 2) 学习电感耦合等离子体发射光谱分析 (ICP-AES) 方法;
- 3) 学习石墨炉原子吸收光谱分析 (GAAS) 方法;
- 4) 比较两种仪器分析方法。

## 二、实验背景及实验原理

微量金属元素在生命活动中起的作用十分复杂,人体与这些元素之间的关系是一个涉及多学科广泛研究的课题。其中,不同元素、不同生物样本以及不同测试方法的选择都是具有代表意义的子课题。本实验通过铜、铁、锌及镉元素在人发中 ICP-AES 及 GAAS 测试,初步认识这类研究中的几个基础性问题。

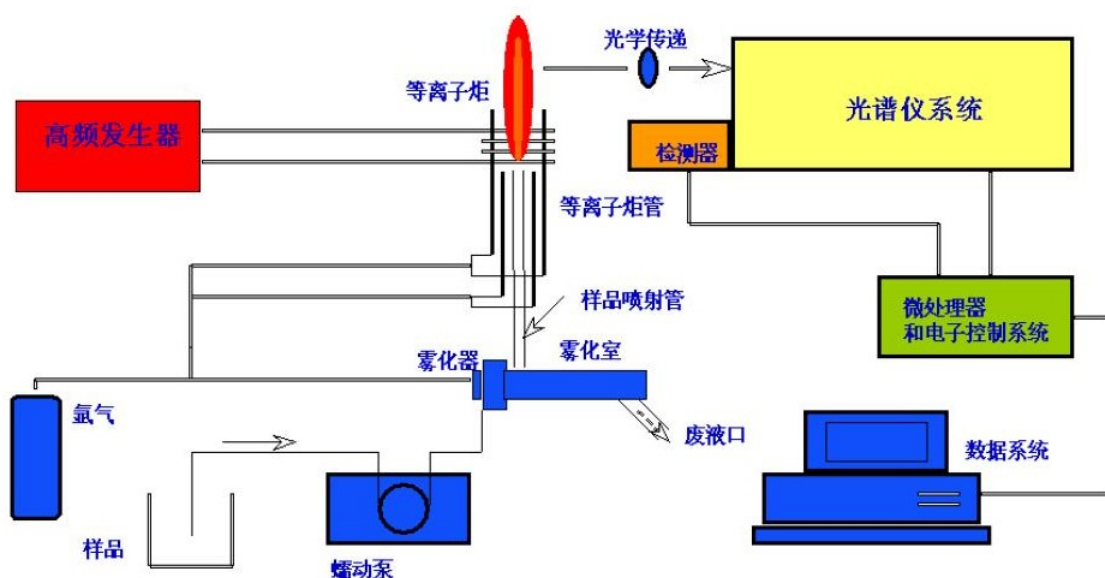
实际样品的前处理是分析全过程的一个重要环节。常用到的一个前处理技术就是将固体样品转化为溶液的消解方法。在原子光谱分析中,消解方法通常包括各种湿法消解、干法消解等。本实验采用  $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$  消解方法,能够满足两种原子光谱分析方法的需要。

原子发射光谱分析是一种传统的元素分析方法,特别适用于低含量及痕量元素的分析,其定量依据是

$$I=AC^b$$

I 为光谱线强度, C 是样品浓度, A 是与蒸发、激发及试样组成有关的参数, b 为自吸系数,通常 $\leq 1$ 。

ICP-AES 原子发射光谱分析仪器一般包括进样系统、高频发生系统、分光系统、检测与数据控制系统。系统结构如下:



原子吸收光谱分析建立于上世纪六十年代,从发展历史看比原子发射光谱分析晚了约 80 年,但该方法独特优点使其发展迅速,目前已成为一种广泛使用的元素定量分析方法。

该方法的原理是待测元素空心阴极灯发射出特征谱线的光,通过含有待测元素基态原子蒸气时被吸收,吸收服从朗伯-比尔定律:

$$A = \lg(I_0/I) = KC$$

A 为吸光度,  $I_0$  为入射光强度, I 为出射光强度, K 与待测元素及实验条件有关的常数

C 为待测元素的原子浓度。

基态原子蒸汽的实现最常用的是火焰法，电热石墨炉法（GAAS）是其重要补充。

原子吸收光谱仪通常包括光源系统、原子化系统、分光与检测光系统。

### 三、仪器与试剂

1. 仪器：Plasma1000 电感耦合等离子体发射光谱仪；GA3202 原子吸收分光光度计；电加热系统；空心阴极灯；25 mL 容量瓶，25 mL 烧杯；
2. 试剂：各元素标准溶液（ $XX.00 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ），浓  $\text{HNO}_3$ 、5% $\text{HNO}_3$ 、 $\text{H}_2\text{O}_2$ 、超纯水；  
头发样品（约 1g，自备）。

### 四、实验步骤

1. 样品前处理（头发样品消解）
  - 1) 样品浸于 3%中性洗涤液中约 30 分钟，水洗至无泡沫，80℃烘干；
  - 2) 称取 0.5g（准确至 0.001g）试样于小烧杯中，加入 5 mL 浓硝酸，放置约 15 分钟，并不时搅拌；
  - 3) 80℃加热，待试样全部溶解后，升温至 110℃继续消解；
  - 4) 约 2 小时后，溶液小于 2 mL，滴加约 0.5mL $\text{H}_2\text{O}_2$  溶液及 1mL  $\text{HNO}_3$ ，继续加热；
  - 5) 若溶液呈淡黄色清液，可待溶液蒸发小于 2mL 后，定量转移至 25mL 容量瓶，加入 1mL 5% $\text{HNO}_3$ ，用超纯水稀至刻度；若溶液不为清液，则重复上述步骤 4)。
2. ICP-AES 测定
  - 1) 根据“Plasma1000 电感耦合等离子体发射光谱仪”操作规程开启仪器，设定相应分析测试条件，记录实验条件；
  - 2) 依次测量标样及待测样品，作相应记录；
  - 3) 根据规程关闭仪器。
3. GAAS 测定
  - 1) 根据“GA3202 原子吸收分光光度计”操作规程开启仪器，设定相应分析测试条件，记录实验条件；
  - 2) 依次测量标样及待测样品，作相应记录；
  - 3) 根据规程关闭仪器。

### 五、数据处理

根据上述标样液及样品溶液的记录，计算样品中各元素含量，以  $\mu\text{g/g}$  为单位表示。

### 六、结果讨论

- （1）两种方法测量结果比较；
- （2）两种仪器分析方法的比较；
- （3）以下(i)-(v)选择 2 个讨论：
  - (i) 本实验主要误差的来源及消除或减小方法；
  - (ii) 样品的消解要考虑的因素；
  - (iii) 相对于其他生物组织，发样中元素含量测量的意义；
  - (iv) 人发中元素含量测量的方法；
  - (v) 本实验所选微量金属元素对人体的影响。