

表 3 样品分析结果 (ppm)

次 样品号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	变动系数
土壤 1	2.0	1.6	1.5	1.8	1.9	2.0	1.6	1.5	1.4	1.7	1.7	11.8
土壤 2	2.0	1.6	1.5	1.8	1.9	2.0	1.5	1.5	1.5	1.7	1.6	
土壤 3	2.0	1.6	1.8	1.5	1.6	2.0	1.5	1.6	1.4	1.8	1.4	
土壤 4	2.0	1.4	1.5	1.5	1.6	1.8	1.5	1.8	1.7	1.7	1.4	
土壤 5	2.0	1.6	1.5	2.0	1.6	1.6	1.5	1.4	1.5	1.8	1.6	

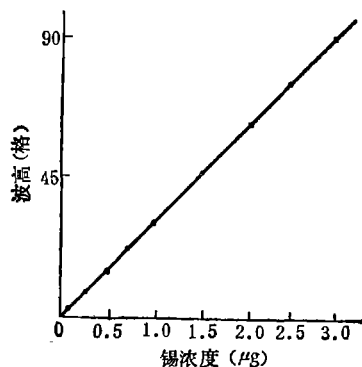


图 3 锡的标准曲线

液, 冲至 25 毫升, 混匀。室温下于原点电位 $-0.45V$ 导数极谱测定。由标准曲线查含量, 计算。标准曲线的绘制参照上述分析步骤(图 3)。

5. 样品分析结果及样品中标准回收

表 4 样品中标准回收

样品号	加入 μg	样品 含量	测得量	回收率 (%)
龙土 1	2.0	0.22	2.16	97
龙土 2	2.0	0.17	2.18	100.5
龙土 3	2.0	0.18	2.12	97
龙土 4	2.0	0.18	2.18	100
龙土 5	2.0	0.18	2.18	100
龙土 6	0.3	0.22	0.52	100
龙土 6	0.5	0.22	0.72	100
龙土 6	1.0	0.22	1.22	100
龙土 6		0.22	0.22	

吸光光度法测定头发中微量钙——对乙酰基偶氮羧作显色剂*

张长寿** 罗庆尧 余席茂 曾云鹗

(武汉大学化学系)

近年来, 根据头发中微量元素含量的变化来诊断疾病和污染的研究, 正日益受到人们的重视^[1-3], 其中对发钙的研究已有数篇文献^[1,4,5]。有人认为发钙的分析, 可能是研究人体元素营养和人体代谢的良好途径, 并有可能对心脏病等某些疾病作出预报^[6]。发钙的测定可用容量法或原子吸收分光光度法。前者取样量多, 样品处理困难, 后者需要昂贵的仪器设备。我们提出的用新显色剂——对乙酰基偶氮羧测定微量钙的新方法, 灵敏度高, 选择性好, 用

于头发试样, 取样量少, 手续简便, 测定结果与原子吸收法相符。一根 5 厘米长的头发重约 0.6 毫克, 对钙含量为 0.05% 的人发, 本法的最低取样量只需 2 根, 因此本法还可望作为考古或案件侦破工作中的某项手段。

* 在试验中, 曾得到江苏省靖江县中医院高立基副院长的热心帮助, 谨致感谢。

** 现在江苏化工学院工作。

实 验 部 分

一、主要仪器和试剂

XG-125 型分光光度计

钙标准溶液 5 微克/毫升(用光谱纯 CaCO_3 配制); 0.1% 对乙酰基偶氮羧*的水溶液; 0.1M 柠檬酸溶液; 0.05M EDTA 溶液; 30% 过氧化氢, 无水乙醇, 丙酮(以上为分析纯), 硝酸(浓, 超纯), 蒸馏水(洗器皿用), 二次蒸馏水(洗器皿和稀释显色液), 三次蒸馏水(配制显色反应应用的试剂溶液)。

二、条件试验

1. 吸收曲线 显色剂及其钙络合物的吸收曲线示于图 1。钙有色络合物的摩尔吸光系数 $\epsilon = 1.60 \times 10^4$ 。

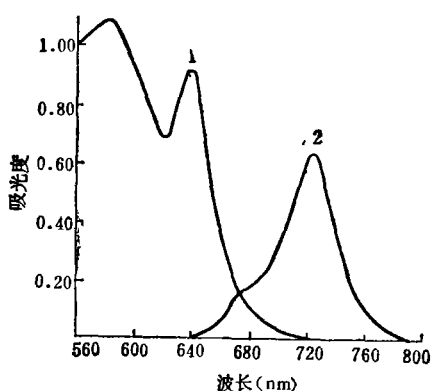


图 1 吸收曲线

1. 试剂对水 2. 钙络合物对试剂

[R]: 0.02% 2 毫升/25 毫升(纯品)

[Ca]: 4 微克/25 毫升

pH 2.10 1 厘米比色皿

2. 干扰离子的影响在本试验条件(见下文)下, 下述离子 Mg^{2+} (400)、 Fe^{3+} (4000)、 Mn^{2+} (400)、 Ni^{2+} (3000)、 Pb^{2+} (2000)、 Zn^{2+} (2000)、 Cu^{2+} (1000)、 Co^{2+} (1000)、 Cr^{3+} (4000)、 Bi^{3+} (2000)、 Al^{3+} (500)、 W^{1+} (2000)、 V^{5+} (1500)、 La^{3+} (2)、 Yb^{3+} (1000)、 Ba^{2+} (2)、 Sr^{2+} (1.2) (单位: 微克)不干扰 4 微克钙

的测定。

3. 工作曲线 25 毫升中钙量从 0.50—7.0 微克遵守比耳定律。

三、试样分析方法 剪取后发际贴发根处 0.5—1.0 厘米长的头发, 经洗涤剂、水、乙醇等去污洗涤后烘干, 用硝酸和过氧化氢分解试样, 用柠檬酸溶解盐类, 制备每毫升含发样 1 毫克的试样溶液。取此溶液 2—5 毫升(少于 5 毫升时用柠檬酸补足)置于 25 毫升容量瓶中, 加 0.05M EDTA 0.5 毫升, 0.1% 显色剂 1.5 毫升, 在 0—20℃ 之间显色 30 分钟, 用水稀释至刻度, 于 724 纳米处对照试剂空白测量吸光度。试样分析结果列于表 1。

表 1 试样分析、标准加入和原子吸收法测定结果

样品来源	性别	测得钙含量 (%)	加入钙 (μg)	测得钙 (μg)	回收率 (%)	原子吸收法测定结果 (%)
303-3	男	0.060				0.059
309-1	男	0.051				0.048
305-3	男	0.037				0.038
307-4	女	0.128				0.127
张××	男	0.049	2.00	2.08	104	
刘××	男	0.066	2.00	2.02	101	
詹××	男	0.041	2.00	1.96	98	

参 考 文 献

- [1] A. Imahori et al., *J. Radioanal. Chem.*, **52**, 167 (1979).
- [2] 曾而康、王秀玉、李南翔, 原子能科学技术, 2, 189 (1980).
- [3] 浙江医科大学药系药分教学小组, 环境与防治, 1, 32(1981).
- [4] J. Bacso et al., *Radiochem. Radioanal. Letter*, **33**(4), 273 (1978).
- [5] 同上, (1), 46(1978).
- [6] 袁家奎、顾庆超, 元素与人, 第 15—16 页, 第 1 版, 江苏科学技术出版社, 1979.

* 对乙酰基偶氮羧为武汉大学首次合成, 其结构式是

