

УДК 661.879.1:547.994

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ УРАНА В МОЧЕ МЕТОДОМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

Кириллова Т.Г., Дюсембаева М.Т., Мухамедияров Н.Ж.

Филиал «Институт радиационной безопасности и экологии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

Разработана методическая схема определения содержания урана в моче человека методом квадрупольной масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой с использованием масс-спектрометра *Agilent 7700x (Agilent Technologies)*. Показана возможность прямого измерения содержания урана в образцах мочи, разбавленных раствором 3% азотной кислоты, без проведения автоклавного разложения.

Полученная градуировочная зависимость для определения урана в диапазоне концентраций 0,1–10 мкг/л характеризуется коэффициентом корреляции 0,9998 и значениями относительного стандартного отклонения 4–9 %. Предел определения метода составил 30 нг/л. Дана оценка влияния спектральных и матричных помех на результаты измерения. Определена возможность применения калибровки с подбором матрицы для снижения матричного эффекта при определении урана в моче.

Ключевые слова: уран, моча, ИСП–МС, разбавление, автоклавное разложение, метод добавок, матричный эффект.

ВВЕДЕНИЕ

Определение содержания урана в моче проводят для оценки его вклада в дозовую нагрузку внутреннего облучения людей, так как известны закономерности, описывающие зависимость скорости выделения нуклида с мочой от его содержания в организме [1].

При дозиметрическом контроле персонала используют радиометрический метод измерения активности урана после радиохимического выделения из проб мочи, лазерно-люминесцентный метод. Все эти методы трудоемки, пределы погрешности определения составляют 30–50 % [2, 3].

Решением данной задачи является применение метода масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП–МС) с использованием малого количества исследуемого материала для измерения, отличающегося высокой чувствительностью, точностью и низкими пределами обнаружения. Тем не менее, основным ограничением метода являются матричные помехи – спектральные и несектральные.

Причинами спектральных помех в масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой могут являться: изобарные наложения, наложение сигналов двухзарядных и полиатомных ионов. При анализе водных растворов в плазме наиболее распространены полиатомные ионы, содержащие атом кислорода – оксиды (MeO^+ , ArO^+), аргиды (Ar_2^+ , MeAr^+) и их вариации с включением других атомов [4].

При определении изотопа ^{238}U в моче возможны полиатомные интерференции от ионов органической матрицы $^{198}\text{HgAr}^+$, $^{190}\text{OsO}_3^+$, $^{206}\text{PbO}_2^+$, $^{206}\text{PbS}^+$ и др. Для осмия наиболее характерно образование оксидов OsO_4 и OsO_2 [5].

Матричный эффект выражается в подавлении сигнала ионов определяемого элемента и зависит от концентрации и атомной массы определяемого и ма-

тричных элементов. При проведении элементного анализа проб мочи методом ИСП–МС возможно появление систематической погрешности, обусловленной неучтенным матричным влиянием, так как моча является сложным биологическим объектом, который содержит органические и неорганические компоненты [6]. Основным способом снижения матричного влияния является прямое разбавление биологических проб, чаще всего пробы подвергают 10-кратному разбавлению [7].

Трудности определения элементов в биологических объектах, связанные с высоким матричным эффектом, требуют дополнительного оборудования и материалов для длительной процедуры подготовки образцов к анализу (микроволновое разложение с кислотами, хроматографическое разделение на ионообменных смолах и т.д.) [8, 9], что неприемлемо для ежедневных рутинных анализов.

Цель настоящей работы состояла в разработке максимально простой и эффективной методической схемы масс-спектрометрического определения содержания урана в моче человека при проведении массовых анализов. Для этого необходимо было выбрать оптимальный способ пробоподготовки, оценить влияние матричных помех на результаты измерений и исследовать возможность их устранения.

1. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

1.1. Аппаратура и реактивы

Измерения проводили на квадрупольном масс-спектрометре *Agilent 7700x (Agilent Technologies)* в соответствии с оптимизированными параметрами прибора [10]:

- мощность, подводимая к плазме: 1550 Вт;
- расход расплывающего газа (аргон): 1,07–1,09 л/мин;
- тип сканирования: сканирование пика (3 точки);

- режим детектирования: dual;
- число сканирований на измерение: 100;
- число реплик: 3;
- задержка перед чтением: 20 с;
- время измерения: 1 с;
- время промывки: 40 с.

Для автоматической настройки параметров работы масс-спектрометра *Agilent 7700x* использовали стандартный раствор 1 мкг/л Ce, Co, Li, Mg, Tl, Y в 2 % HNO₃.

Градуировочные растворы с содержанием урана 0; 0,1; 0,5; 1; 2; 5 и 10 мкг/л готовили разбавлением многоэлементного стандарта IV-ICPMS-71A F2-MEB419012 (*Agilent*) с аттестованным значением содержания элементов (10,0 ± 0,1) мкг/мл.

В работе применяли реактивы: концентрированная азотная кислота (HNO₃ ос. ч); ГСО урана 7115-94 с содержанием урана 300 мг/л, ГСО ионов свинца (1 г/л).

Для приготовления всех растворов использовали получаемую на установке «Водолей» деионизованную воду с удельной проводимостью не более 0,15 мкСм/см.

1.2. Объекты исследования

В качестве исследуемых образцов использовали суточные пробы мочи добровольцев. Для корректного сравнения результатов анализа в пробах предварительно было определено содержание урана, которое находилось в диапазоне от 0,04 до 0,40 мкг/л.

Для исследования матричных спектральных и неспектральных помех была приготовлена биоматрица мочи с учетом данных по химическому составу мочи взрослого здорового человека [11]. Содержание органической составляющей – мочевины (CH₄N₂O) и неорганических компонентов суточной мочи здорового человека и искусственной биоматрицы приведено в таблице 1.

1.3. Подготовка проб

В настоящей работе было применено 2 способа подготовки проб мочи к анализу: разбавление пробы азотной кислотой и автоклавное разложение с азотной кислотой.

Разбавление. Аликвоту образца объемом 1 мл помещали в мерный полипропиленовый тубус и довели объем до 10 мл 3 % HNO₃.

Автоклавное разложение. Аликвоту образца объемом 1 мл помещали во фторопластовый вкладыш автоклава, добавляли 1 мл 7М HNO₃. Автоклав помещали в сушильный шкаф, разогретый до 160 °С, выдерживали 2,5 часа. Охлажденную пробу количественно переносили в мерный полипропиленовый ту-

бус, обмывая стенки вкладыша деионизованной водой, довели объем до 10 мл. Концентрация фона полученного раствора ≈ 3 % HNO₃, разбавление пробы составило 10 раз.

1.4. Сравнение результатов анализа проб, подготовленных разными способами

Для сравнения результатов определения урана в образцах, подготовленных к анализу разными способами, и для контроля правильности измерений применяли метод стандартных добавок. Рекомендуют вводить такую добавку, которая приводит к надежно фиксируемому увеличению аналитического сигнала. В исследуемые пробы вводили аттестованную добавку ГСО урана (С_{Двнec}) из расчета 10 мкг/л на разбавленный раствор. Величина добавки (10 мкг/л) приблизительно в 70 раз выше среднего исходного содержания урана в исследуемых пробах (0,14 мкг/л).

Измеренное содержание добавки урана (С_{Дизм}) определяли, как разность измеренного содержания урана в пробе с добавкой урана (С_{Изм}) и содержания урана в исходной исследуемой пробе (С_{Исх}):

$$C_{\text{Дизм}} = C_{\text{Изм}} - C_{\text{Исх}} \quad (1)$$

1.5. Оценка спектральных помех при определении содержания урана

Оценку вклада спектральных помех в правильность результатов определения проводили методом добавок с помощью растворов, моделирующих состав анализируемых образцов. В настоящей работе для выявления возможных спектральных помех от присутствия ионов свинца при определении урана было проведено измерение интенсивности сигнала урана в растворах свинца, приготовленных на основе 3 % HNO₃ и искусственной биоматрицы. Содержание добавки свинца составило 200, 400, 600, 800 и 1000 мкг/л.

1.6. Оценка матричных помех при определении содержания урана в моче

Для определения оптимальной степени разбавления проб было измерено содержание урана в растворе синтетической биоматрицы мочи с добавкой 10 мкг/л урана, разбавленном 3 % HNO₃ в 2, 5, 10, 20, 50 и 100 раз.

Для оценки матричных помех была определена относительная погрешность измерения добавки урана (1 мкг/л) в растворах неорганических компонентов матрицы (смесь солей), органической составляющей (карбамид) и искусственной биоматрицы (смесь солей + карбамид), приготовленных в соответствии с данными таблицы 1.

Таблица 1. Состав биоматрицы мочи, г/л

Содержание	Na ⁺	K ⁺	Ca ²⁺	Mg ²⁺	Cl ⁻	PO ₄ ³⁻	SO ₄ ²⁻	NH ₄ ⁺	CH ₄ N ₂ O
Биоматрица человека [18]	2,0–3,5	1,3–2,3	0,1–0,2	0,04–0,1	3,3–7,3	1,3–4,5	1,2–2,4	0,4–0,9	13,3–23,3
Искусственная биоматрица	2,4	1,8	0,1	0,1	5,5	–	0,4	0,6	18

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ УРАНА В МОЧЕ МЕТОДОМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ
С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ**

Чтобы установить, в какой степени содержание основных компонентов матрицы мочи влияет на определение урана, была измерена концентрация внесённой добавки урана (1 мкг/л) в растворах натрия (0–4 г/л) и карбамида (0–25 г/л).

Для установления степени влияния матрицы мочи при определении урана в диапазоне 0–10 мкг/л было измерено содержание добавки урана 0,1; 0,5; 1 и 10 мкг/л в «условно чистой» пробе мочи здорового добровольца двумя методами: с калибровкой градуировочными растворами, приготовленными разбавлением 3 % HNO₃, и калибровкой с подбором матрицы. В качестве матрицы использовался 0,6 % водный раствор NaCl с содержанием ионов Na 2,4 г/л и ионов Cl 3,6 г/л, разбавленный в 10 раз 3 % HNO₃.

2. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

2.1. Оценка чувствительности метода

Полученная градуировочная зависимость для определения урана характеризуется коэффициентом корреляции 0,9998, значения относительного стандартного отклонения составили 4–9 %, предел обнаружения урана – 9 нг/л, предел определения урана – 30 нг/л.

Приборный предел обнаружения (ПО) определяли как концентрацию, которой соответствует интенсивность аналитического сигнала, в три раза превышающая стандартное отклонение фонового сигнала ($\sigma_{\text{ф}}$) [12]:

$$\text{ПО} = 3\sigma_{\text{ф}}C_{\text{ст}}/I_{\text{ст}}, \quad (2)$$

где: $\sigma_{\text{ф}}$ – стандартное отклонение фонового сигнала (3 % HNO₃), имп/с; $C_{\text{ст}}$ – концентрация стандартного образца ГСО урана, нг/л; $I_{\text{ст}}$ – интенсивность сигнала стандартного образца ГСО урана, имп/с.

Предел определения (ПО_{пр}) для количественного метода анализа рассчитывали как $10\sigma_{\text{ф}}$ – критерий:

$$\text{ПО}_{\text{пр}} = 10\sigma_{\text{ф}} C_{\text{ст}} / I_{\text{ст}}. \quad (3)$$

2.2. Результаты анализа проб, подготовленных разными способами

В таблицах 2, 3 приведены результаты измерения содержания урана методом добавок в пробах мочи, подготовленных разными способами, с учетом исходного содержания урана в исследуемых пробах.

Результаты определения добавки урана ($C_{\text{Дизм}}$) в разбавленных и разложенных пробах хорошо согласуются. Значения относительной погрешности результатов измерения образцов, подготовленных разбавлением, находятся в интервале от –3,8 % до –9,1 %. Относительная погрешность результатов при измерении разложенных образцов составляет от –2,2 % до –8,1 %. Систематическое занижение результатов измерения концентрации введенной добавки (в среднем 6,5 %) можно объяснить влиянием матрицы.

Таким образом, установлено, что образцы мочи можно анализировать без минерализации.

Таблица 2. Содержание урана в моче после разбавления 3 % HNO₃, мкг/л

№ пробы	Внесено урана	Измерено урана		Расчётные данные	
	$C_{\text{Двнес}}$	$C_{\text{Изм}}$	$C_{\text{Сисх}}$	$C_{\text{Дизм}}$	Относительная погрешность, %
1	10	9,73	0,34	9,39	-6,1
2	10	9,59	0,20	9,39	-6,1
3	10	9,40	0,12	9,28	-7,2
4	10	9,61	0,11	9,50	-5,0
5	10	9,39	0,30	9,09	-9,1
6	10	9,72	0,10	9,62	-3,8
7	10	9,21	0,06	9,15	-8,5
8	10	9,24	0,06	9,19	-8,1
9	10	9,44	0,09	9,35	-6,5
10	10	9,54	0,04	9,50	-5,0
Среднее	10	9,49	0,14	9,35	-6,5

Таблица 3. Содержание урана в моче после автоклавного разложения, мкг/л

№ пробы	Внесено урана	Измерено урана		Расчётные данные	
	$C_{\text{Двнес}}$	$C_{\text{Изм}}$	$C_{\text{Сисх}}$	$C_{\text{Дизм}}$	Относительная погрешность, %
1	10	9,76	0,40	9,36	-6,5
2	10	10,00	0,22	9,78	-2,2
3	10	9,39	0,11	9,28	-7,2
4	10	9,30	0,14	9,16	-8,4
5	10	9,54	0,35	9,19	-8,1
6	10	9,41	0,09	9,32	-6,8
7	10	9,39	0,08	9,31	-6,9
8	10	9,50	0,08	9,42	-5,8
9	10	9,39	0,11	9,28	-7,2
10	10	9,44	0,05	9,39	-6,1
Среднее	10	9,51	0,16	9,35	-6,5

2.3. Спектральные помехи при определении содержания урана

Результаты измерений интенсивности сигнала урана (U, имп/с) в растворах 3 % HNO₃ (3 % HNO₃) и в растворах искусственной биоматрицы (Матрица) с добавкой свинца (Pb, мкг/л) представлены на рисунке 1, число измерений n = 3.

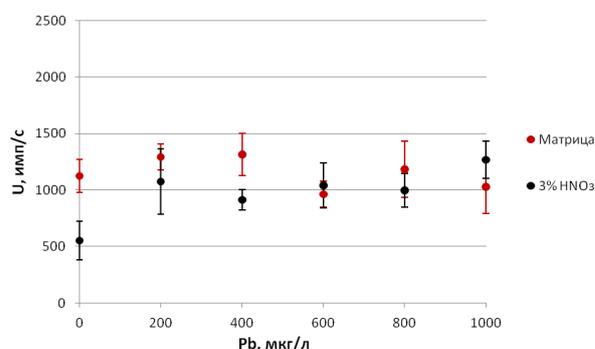


Рисунок 1. Влияние свинца на определение урана

Из графика видно, что интенсивность сигнала урана в растворах азотной кислоты и искусственной биоматрицы мочи не зависит от концентрации внесённой добавки свинца и не превышает 1300 имп/с. То есть вклад возможной помехи от присутствия свинца ниже уровня сигнала, соответствующего пределу определения урана (2200 имп/с).

2.4. Матричные помехи при определении содержания урана в моче

На рисунке 2 приведена зависимость относительного отклонения измеренного содержания добавки урана (Сизм.) в растворе синтетической биоматрицы мочи от степени разбавления, число измерений $n = 3$. Добавка урана (Сдоб.) 10 мкг/л, кратность разбавления 3 % раствором HNO_3 составила 2, 5, 10, 20, 50 и 100.

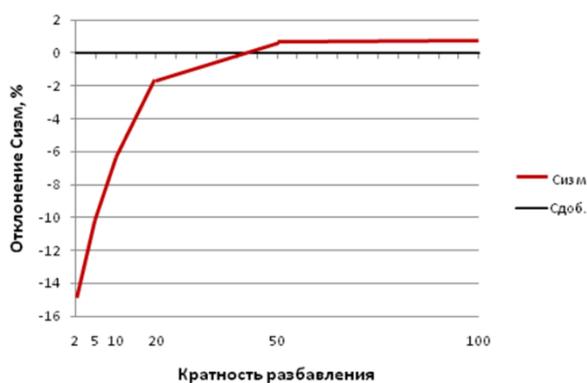


Рисунок 2. Влияние степени разбавления на определение концентрации урана

Как видно из графика, относительная погрешность измерения урана уменьшается с увеличением кратности разбавления за счёт ослабления матричного влияния. При разбавлении в 100 и 50 раз относительное отклонение измеренной концентрации от значения внесённой добавки менее 1 %. При факторе разбавления 20, 10, 5 и 2 матричное занижение составило 1,6 %, 6,6 %, 10,5 % и 15,4 % соответственно.

Для реальных проб мочи выбрана кратность разбавления 10, так как при большей степени разбавления определяемые значения содержания урана могут оказаться ниже предела определения метода.

Результаты анализа модельных растворов, разбавленных в 10 раз 3 % HNO_3 , представлены в таблице 4.

Таблица 4. Определение содержания урана в модельных растворах, $n = 3$

Модельные растворы	Карбамид	Смесь солей	Биоматрица
Относительная погрешность, %	$-(0,4 \pm 0,1)$	$-(9,7 \pm 1,8)$	$-(7,3 \pm 2,5)$

Как видно из таблицы, относительная погрешность измерения урана в солевой составляющей биоматрицы достигает 10 %, а присутствие карбамида оказывает менее значительное воздействие на подавление сигналов при анализе.

Относительное отклонение измеренного содержания добавки урана (Сизм.) от концентрации внесённой добавки урана (Сдоб.) в растворах карбамида и натрия, разбавленных в 10 раз 3 % HNO_3 , представлено на рисунках 3 и 4, число измерений $n = 3$.

Концентрация внесённой добавки урана 1 мкг/л.



Рисунок 3. Влияние концентрации карбамида на определение урана в моче

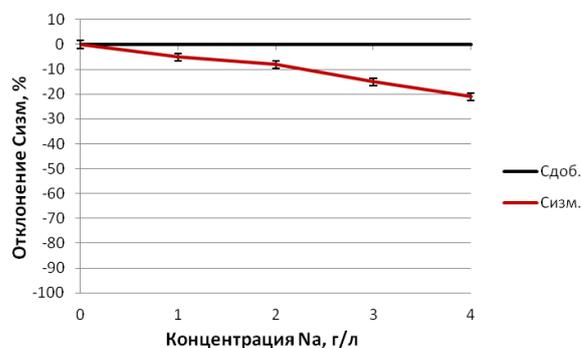


Рисунок 4. Влияние концентрации натрия на определение урана в моче

Из приведенных графиков видно, что содержание карбамида незначительно влияет на определение урана, лишь при концентрации 25 г/л значение результата снижается на 3 %, что указывает на отсутствие необходимости автоклавной минерализации для разложения органической составляющей матрицы исследуемых проб.

В растворах с концентрацией натрия 1, 2, 3 и 4 г/л матричное занижение составило 5, 8, 15 и 21 % соответственно, то есть с увеличением содержания натрия в растворе относительная погрешность определения урана увеличивается, что подтверждает применимость дополнительного разбавления для снижения матричного эффекта. Однако это неприемлемо при исследовании проб с небольшим содержанием урана.

В таблице 5 представлены результаты измерения и среднее значение относительного отклонения от концентрации добавки урана для методов с калибровкой без подбора матрицы (1 метод) и калибровкой с матрицей (2 метод).

Как видно из таблицы, при определении урана с калибровкой без подбора матрицы систематическое

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ УРАНА В МОЧЕ МЕТОДОМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ
С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ**

занижение результатов при измерении концентрации добавки урана в диапазоне 0–10 мкг/л составило в среднем 7 %, то есть, разбавление пробы в 10 раз не позволяет полностью устранить помехи от присутствующих неорганических компонентов матрицы. В этом случае при расчете концентрации урана необходимо вводить поправочный коэффициент 1,07.

Таблица 5. Результаты измерения содержания урана в моче, n = 3

Внесено урана, мкг/л	Измерено урана, мкг/л		Относительное отклонение от С _{доб} , %	
	1 метод	2 метод	1 метод	2 метод
0,1	0,093±0,006	0,103±0,005	-7,0	3,0
0,5	0,468±0,030	0,487±0,015	-6,4	-2,6
1	0,922±0,053	0,977±0,046	-7,8	-2,3
10	9,340±0,551	10,170±0,600	-6,6	1,7
Среднее			-7,0	-0,1

Определение концентрации добавки урана при калибровке с основным компонентом искусственной матрицы (NaCl) позволило исключить систематическую ошибку и показало относительную погрешность измерения от – 2,6 % до 3 % (в среднем 0,1 %).

Таким образом, для того, чтобы уменьшить матричное влияние при определении урана в моче необходимо проводить калибровку прибора с подбором матрицы, то есть для приготовления градуировочных образцов использовать водный раствор NaCl (6 г/л), разбавленный в 10 раз 3 % HNO₃.

ЛИТЕРАТУРА

1. Jackson S., Dolphin G.W. The estimation of internal radiation dose from metabolic and urinary excretion data for a number of important radionuclides // *Ibid.* 1966. V. 12, N 4. P. 481–500.
2. Регламент 2.6.1.05 – 2003 Дозиметрический контроль внутреннего облучения персонала предприятий ОАО «ТВЭЛ» – М.: Департамент безопасности и чрезвычайных ситуаций Минатома России, 2005. 39 с.
3. Методы радиохимического анализа. Женева: ВОЗ, 1967. 155 с.
4. Пупышев А.А., Эпова Е.Н. Спектральные помехи полиатомных ионов в методе масс – спектрометрии с индуктивно связанной плазмой // *Аналитика и контроль.* 2001. Т.5. №4. С. 335–369.
5. Рабинович В.А., Хавин З.Я. «Краткий химический справочник» Л.: Химия, 1977 стр. 89.
6. Иваненко Н.Б., Наволоцкий Д.В., Иваненко А.А., Соловьев Н.Д., Блаженникова И.В. Определение урана в моче методом масс – спектрометрии высокого разрешения с индуктивно – связанной плазмой // *www.medline.ru, Токсикология*, т. 12, 2012. С. 871–880.
7. Осипов К.Б. Исследование и устранение несектральных помех при анализе биологических жидкостей и лекарственных средств методом масс – спектрометрии с индуктивно связанной плазмой: дис. канд. хим. наук – М., 2015. – 153 с.
8. Kurosaki H., Sexton S.M., Gonzalez B. D. Use of chromatographic pre-concentration for routine uranium bioassay analysis by ICP–MS // *J Radioanal Nucl Chem.* 2013. 298:1017– 1022.
9. Arnason J.G., Pellegria N., Parsons P.J. Determination of uranium isotope ratios in human urine by sector field inductively coupled plasma mass spectrometry for use in occupational and biomonitoring studies // *J. Anal. At. Spectrom.*, 2013, 28, 1410–1419.
10. Agilent 7700 Series ICP – MS. Hardware Maintenance Manual. Agilent Technologies, 2012. 156 p.
11. Чеснокова С.А., Шастун С.А., Агаджанян Н.А. Атлас по нормальной физиологии, 2007. 496 с.
12. Inductively coupled plasma mass spectrometry handbook / Ed. S. M. Nelms. CRC Press: Boca Raton, 2005. 485 p.

Выводы

Разработана простая методическая схема определения содержания урана в моче человека, заключающаяся в прямом масс-спектрометрическом измерении урана в пробах, разбавленных 3 % раствором азотной кислоты в 10 раз. Возможность такого определения подтверждена сравнением результатов измерения содержания урана в пробах мочи, подготовленных различными способами: разбавлением и автоклавным разложением.

Предел определения урана в моче методом МС–ИСП составил 30 нг/л.

Установлено отсутствие спектральных наложений от ионов свинца при определении содержания урана.

Исследованы и количественно оценены вклады солевой и органической составляющих биоматрицы в погрешности измерения урана. Установлено, что присутствие солей оказывает наибольшее воздействие на подавление сигналов при анализе.

Для снижения матричного влияния при определении урана в моче необходимо проводить калибровку прибора с подбором матрицы, в качестве которой для приготовления градуировочных образцов используется 0,6 % раствор NaCl, разбавленный в 10 раз 3 % HNO₃.

**ИНДУКТИВТИ-БАЙЛАНЫСҚАН ПЛАЗМАЛЫ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ ӘДІСІМЕН
НЕСЕПТЕГІ УРАНЫҢ ҚҰРАМЫН АНЫҚТАУ**

Т.Г. Кириллова, М.Т. Дюсембаева, Н.Ж. Мұхамедияров

ҚР ҰЯО Радиациялық қауіпсіздік және экология институты, Курчатов, Қазақстан

Agilent 7700x (Agilent Technologies) масс-спектрометрін пайдалана отырып индуктивті-байланысқан плазмалы квадрупольды масс-спектрометрия әдісімен адамның несепіндегі уранның құрамын анықтаудың әдістемелік сұлбасы әзірленді. Автоклавты ыдыратуды өткізбестен азотты қышқылдың 3 % ерітіндісі қосылған несептің үлгілеріндегі уранның құрамын тура өлшеу мүмкіндігі көрсетілді.

Алынған градуирлеуші байланыстылық 0,1–10 мкг/л шоғырлану диапазонындағы уранды анықтау үшін 0,9998 түзеткіш коэффициентімен және қатысты түрдегі 4–9 % стандарттық ауытқу мәндерімен сипатталады. Әдісті анықтау шегі 30 нг/л құрады. Спектралды және матрицалық кедергілердің өлшеу нәтижелеріне әсер етуіне бағалау жасалды. Несептегі уранды анықтау барысында матрицалық әсерді төмендету үшін калибрлеуді қолдану мүмкіндігі анықталды.

Кілт сөздер: уран, несеп, ИСП–МС, араластыру, автоклавты ыдырату, қоспалар әдісі, матрицалық әсер.

**DETERMINING CONCENTRATION OF URANIUM USING INDUCTIVELY COUPLED
PLASMA MASS-SPECTROMETRY**

T.G. Kirillova, M.T. Dyusembayeva, N.Zh. Mukhamediyarov

Branch “Institute of Radiation Safety and Ecology” of the RSE “NNC RK”, Kurchatov, Kazakhstan

A methodological scheme was developed for determining uranium content in human urine using Agilent 7700x (Agilent Technologies) mass-spectrometer and quadrupolar inductively-coupled plasma mass-spectrometry method. The paper demonstrates possibility to measure uranium concentration directly in urine samples diluted with 3% nitric acid solution without autoclave decomposition.

Obtained calibrating dependency for determining uranium within the concentration range of 0.1–10 µg/l is characterized by the correlation factor of 0,9998 and relative standard deviation of 4–9 %. Determination limit of the method is 30 ng/l. Assessment was made for spectral and matrix interferences with the results of measurements. Possibility of using calibration with selection of matrix to reduce matrix impact when determining uranium content in the urine was determined.

Keywords: uranium, urine, ICP-MS, dilution, autoclave decomposition, standard addition method, matrix effect.