

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 47—1996

尿中硒的氢化物发生-原子吸收 光谱测定方法

Urine—Determination of selenium—Hydride generation
-atomic absorption spectrometric method

1996-10-14 发布

1997-05-01 实施



中华人民共和国卫生部 发布

中华人民共和国卫生行业标准

尿中硒的氢化物发生-原子吸收 光谱测定方法

WS/T 47—1996

Urine—Determination of selenium—Hydride generation
-atomic absorption spectrometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了尿中硒的氢化物发生原子吸收光谱测定方法。

本法最低检测浓度为 $0.7\mu\text{g/L}$ 。

本标准适用于正常人和接触硒工人尿中硒的测定。

2 原理

尿样用混合酸消化,以破坏有机物。加入硼氢化钠,产生硒化氢,输送到火焰燃烧器上的石英管中,在 196.0nm 波长下用原子吸收光谱法测定硒的含量。

3 仪器

- 3.1 原子吸收分光光度计。配备石英管原子化器。
- 3.2 氢化物发生系统。
- 3.3 硒空心阴极灯。
- 3.4 记录仪或微处理机。
- 3.5 控温电热板。
- 3.6 烧杯, 50mL 。
- 3.7 表面皿,直径 5cm 。
- 3.8 水浴锅。
- 3.9 刻度试管, 25mL 。
- 3.10 聚乙烯塑料瓶, 50mL 。
- 3.11 尿比重计。
- 3.12 玻璃和塑料器皿均用 $(1+1)$ 硝酸溶液浸泡过夜,冲洗干净,晾干后备用。

4 试剂

本标准所用试剂除另有说明者外,均为分析纯试剂。

- 4.1 实验用水:去离子水,或用全玻璃蒸馏器重蒸所得的水。
- 4.2 硝酸, $\rho_{20}=1.42\text{g/mL}$,高纯。
- 4.3 硫酸, $\rho_{20}=1.84\text{g/mL}$,优级纯。
- 4.4 高氯酸, $\rho_{20}=1.75\text{g/mL}$,高纯。
- 4.5 盐酸, $\rho_{20}=1.19\text{g/mL}$,高纯。

- 4.6 氢氧化钠。
- 4.7 硼氢化钠(NaBH₄)。
- 4.8 二氧化硒(SeO₂),高纯。
- 4.9 盐酸溶液,10%(V/V)。
- 4.10 盐酸溶液,6mol/L。
- 4.11 硼氢化钠溶液,1%:称取10g硼氢化钠和1g氢氧化钠,用水溶解并稀释至1000mL。
- 4.12 混合酸,硝酸+硫酸+高氯酸=3+1+1。
- 4.13 硒标准溶液:称取0.1405g二氧化硒,溶解于10mL水中,加1mL硝酸,用水稀释至100mL,混匀。此溶液为1mL=1000μg硒标准储备液。临用前,用此溶液逐级稀释成1mL=0.5μg硒标准应用液。
- 4.14 质控样:用标准尿样、加标的模拟尿、接触者混合尿或加标的正常人混合尿作质控样。

5 采样、运输和贮存

用塑料瓶收集一次晨尿,混匀测定比重。取25mL尿放入50mL塑料瓶中,加0.25mL硝酸,可在室温下尽快运输,于4℃下至少可以保存14天。分析前要将尿样彻底摇匀。

6 分析步骤

6.1 仪器操作条件

参照下列仪器操作条件,将原子吸收分光光度计调节到最佳测定状态。

波 长	196.0nm	乙炔流量	2.0L/min
狭 缝	1.3nm	氩气流量	0.2L/min
灯 功 率	10mA	空气流量	9.5L/min
取样时间	45s	计算时间	20s

6.2 样品处理

取2mL尿样于50mL烧杯中,加入2mL混合酸,盖上表面皿,置电热板上,在200℃±10℃下加热消化,待冒白烟后立即取下,冷却后,用6mol/L的盐酸溶液定量转移到25mL刻度试管中,并加同一盐酸溶液至刻度,混匀,于沸水浴锅中加热30min。

6.3 空白试验

取2mL水代替尿样,按6.2条步骤处理。

6.4 标准曲线的绘制

6.4.1 取6个烧杯,按下表配制标准管。

尿硒标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
硒标准溶液(4.13),μL	0	10	20	40	60	80
正常人混合尿,mL	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
硒浓度,μg/L	0	2.5	5.0	10.0	15.0	20.0

6.4.2 将氢化物发生系统相应的吸液泵分别插入6.4.1、10%的盐酸溶液和1%硼氢化钠溶液中,参照6.1条件,启动氢化物发生系统,自动吸入样品、盐酸溶液和硼氢化钠溶液于混合反应管中。产生的硒化氢用氩气输送到乙炔-空气火焰上的石英管中进行测定。

6.4.3 以加入标准的硒浓度为横坐标,测得的峰高值减去对照样的峰高值作为纵坐标,绘制标准曲线。

6.5 样品测定

6.5.1 将处理好的样品(6.2)与空白管(6.3)一起按6.4.2进行测定。

6.5.2 将测得的吸收峰高值减去空白吸收峰高值后,由标准曲线查得尿样中硒的浓度。

7 计算

7.1 按式(1)计算尿样换算成标准比重(1.020)下的浓度校正系数(k)。

$$k = \frac{1.020 - 1.000}{\text{实测比重} - 1.000} \dots\dots\dots (1)$$

7.2 按式(2)计算尿中硒的浓度。

$$X = c \cdot k \dots\dots\dots (2)$$

式中: X ——尿中硒的浓度, $\mu\text{g/L}$ 。

c ——由标准曲线查得的硒浓度, $\mu\text{g/L}$ 。

8 说明

8.1 本法的最低检测浓度 $0.7\mu\text{g/L}$; 尿样测定精密度 $CV = 1.9\% \sim 6.7\%$ ($n=6$); 尿样加标回收率 $90\% \sim 108\%$, 能准确地测定人尿标准样品。

8.2 采样问题: 硒的生物半衰期较长, 最好采集晨尿, 以避免污染。尿样采集后立即以 $100:1(V/V)$ 加入硝酸(4.2), 在 4°C 至少可以保存 14 天。

8.3 影响测定的因素, 尿样的消化十分关键, 要特别注意消化温度, 温度超过 210°C 会导致硒的大量损失, 要待电热板的温度上升到所需的消化温度 200°C 左右才能将样品置于其上消化。氢化物发生的条件和操作程序应根据所使用氢化物发生系统的类型和型号而定, 自行选择最佳的盐酸溶液、硼氢化钠溶液浓度和氩气流量。

8.4 共存物的干扰及去除, 尿中砷的浓度在 $125\mu\text{g/L}$ 以上会产生一定的负干扰, 但一般尿样中砷的含量未能达到此水平, 如果尿中砷的浓度较高, 适当稀释尿样便可以消除干扰。

8.5 尿样含硒量超出测定范围, 可将样品液(6.3)增加稀释度后进行测定, 计算时乘上稀释倍数。

8.6 质控样用标准尿样、加标的模拟尿、加标的正常人尿时可以考察准确度和精密度, 用接触者尿时可以考察精密度。但人尿不易久存。模拟尿只含人尿的大量成分。

附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责起草。

本标准主要起草人刘家才、徐伯洪。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。