

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 29—1996

尿中砷的氢化物发生-火焰原子 吸收光谱测定方法

Urine—Determination of arsenic—Hydride
generation-flame atomic absorption spectrometry

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

尿中砷的氢化物发生-火焰原子 吸收光谱测定方法

WS/T 29—1996

Urine—Determination of arsenic—Hydride
generation-flame atomic absorption spectrometry

1 主题内容与适用范围

本标准规定了尿中砷的氢化物发生火焰原子吸收光谱测定方法。

本法最低检测浓度为 0.002 mg/L。

本标准适用于正常人和接触砷作业工人尿中砷的测定。

2 原理

尿样用混合酸消化,以破坏有机物。加入硼氢化钠,产生砷化氢,输到火焰燃烧器上的石英管中,在 193.7 nm 波长下进行原子吸收光谱法测定砷的含量。

3 仪器

3.1 原子吸收分光光度计。

3.2 氢化物发生系统。

3.3 砷无极放电灯。

3.4 记录仪。

3.5 电热板,1 000 W。

3.6 容量瓶,25 mL。

3.7 三角烧瓶,100 mL。

3.8 聚乙烯塑料瓶,50 mL,500 mL。

3.9 尿比重计。

3.10 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

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, $\rho_{20}=1.42$ g/mL,超纯。

4.3 硫酸, $\rho_{20}=1.84$ g/mL,高纯。

4.4 高氯酸, $\rho_{20}=1.75$ g/mL,高纯。

4.5 盐酸, $\rho_{20}=1.19$ g/mL,高纯。

4.6 氢氧化钠(NaOH),高纯。

4.7 硼氢化钠(NaBH_4),分析纯。

4.8 三氧化二砷(As_2O_3),高纯。

- 4.9 盐酸溶液,3+97(V/V)。
- 4.10 氢氧化钠溶液:称取1g氢氧化钠(4.6)溶解后,加水(4.1)至100mL。
- 4.11 还原剂:称取3g硼氢化钠(4.7),溶解于氢氧化钠溶液(4.10)中,加至100mL。
- 4.12 混合酸:硝酸(4.2)+硫酸(4.3)+高氯酸(4.4)=3+1+1。
- 4.13 砷标准溶液:称取1.3200g三氧化二砷(4.8),溶解于50mL盐酸(4.5)中,用水(4.1)稀释至1000mL,混匀。此溶液为1mL=1000 μ g砷标准储备液。临用前,用此溶液逐级稀释成1mL=1.00 μ g砷标准应用液。
- 4.14 质控样:用标准尿样、加标的模拟尿、接触者混合尿、加标的正常人混合尿作质控样。

5 采样、运输和保存

用塑料瓶(3.8)收集班后尿,混匀后,尽快测定比重。取20mL尿,放入50mL塑料瓶(3.8)中,可在室温下尽快运输,于4℃下可保存两周。分析前需将尿样彻底摇匀。

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	193.7 nm	乙炔流量	2.5 L/min
狭 缝	0.7 nm	氩气流量	1.1 L/min
灯功率	8 W	空气流量	11.5 L/min

6.2 样品处理

取5mL尿样于三角烧瓶中,加入1mL混合酸,置电热板上,在较低温度下加热消化(必要时加少量硝酸防止炭化)至冒尽白烟,溶液无色为止,不得蒸干。冷却后,用水溶解,定量转移到25mL容量瓶(3.6)中,加水到刻度,混匀。

6.3 空白试验

取5mL水代替尿样,按6.2条步骤处理,然后再按6.5条进行测定。

6.4 标准曲线的绘制

取6个三角烧瓶(3.7),按下表配制标准管。

尿砷标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
砷标准溶液(4.13),mL	0	0.05	0.10	0.20	0.30	0.40
正常人混合尿,mL	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
砷含量,mg/L	0	0.010	0.020	0.040	0.060	0.080

按6.2条步骤进行处理,然后再按6.5条进行测定。以加入标准的砷含量为横坐标,测得的峰高值减去零号管的峰高值后作为纵坐标,绘制标准曲线。

6.5 样品测定

取5mL经消化处理的样品(6.2)于氢化物发生系统的反应瓶中,加20mL盐酸溶液(4.9),置氢化物发生系统上,自动加入硼氢化钠溶液(4.11),产生砷化氢,用氩气输送到乙炔-空气火焰上的石英管中,按仪器操作条件(6.1)测定。将测得的吸收峰高值减去空白(6.3)吸收峰高值后,由标准曲线查得尿样中砷的浓度。在测定前后,以及每测定10个样品后,测定一次质控样。

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)计算尿中砷的浓度。

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

式中: X ——尿中砷的浓度,mg/L;

c ——由标准曲线查得的砷浓度,mg/L。

8 说明

8.1 本法的最低检测浓度 0.002 mg/L,尿样测定精密度 7.0%~9.1%($n=6$),尿样加标回收率 97.5%~113.6%(加标浓度 0.020~0.080 mg/L)。

8.2 采样问题,职业接触者砷的排出很快,尿样采集时间可以在班末。必须离开作业场所,脱掉工作服,搞好个人卫生后采集尿样,以避免污染。尿样不需加任何保存剂,4℃下至少可保存 14 天。

8.3 影响测定的因素,氢化物发生的条件可根据不同仪器生产厂家的规定。输送气可以用氮气代替氩气。盐酸溶液(4.9)和还原剂(4.11)的浓度对氢化反应的影响很大,同一批样品要严格控制一致。

8.4 共存物的干扰及去除,1 倍量以上的 Se^{2+} ,10 倍量以上的 Cr^{6+} 有明显负干扰。但一般尿样中干扰元素的含量均未达到干扰水平,用尿样加标制备的标准曲线足以消除可能存在的干扰。

8.5 尿样含砷量超出测定范围,可将样品液(6.2)增加稀释度测定,然后再乘上稀释倍数。

8.6 质控样如使用标准尿样或加标的模拟尿时可考察准确度和精密度。如使用接触者尿或加标的正常尿时可考察精密度。但人尿不易久存。模拟尿只含人尿中的大量成分。

附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由广东省职业病防治院负责起草。

本标准主要起草人王俊。

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。