

中华人民共和国卫生行业标准

尿中镉的石墨炉原子吸收光谱测定方法

WS/T 32—1996

Urine—Determination of cadmium—Graphite furnace atomic absorption spectrometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了尿中镉的石墨炉原子吸收光谱测定方法。

本法最低检测浓度为 $0.28 \mu\text{g/L}$ 。

本标准适用于正常人和接触镉的工人尿中镉的测定。

2 原理

尿样加基体改进剂和稀硝酸溶液稀释后,直接进样,在 228.8 nm 波长下,用石墨炉原子吸收光谱法测定镉的浓度。

3 仪器

3.1 原子吸收分光光度计,具石墨炉和背景校正装置。

3.2 镉空心阴极灯。

3.3 微量移液管, $10 \mu\text{L}$ 。

3.4 具塞试管, 10 mL 。

3.5 聚乙烯塑料瓶, 500 mL 。

3.6 尿比重计。

3.7 玻璃和塑料器皿均用 $20\%(V/V)$ 硝酸浸泡过夜,用去离子水冲洗干净,避尘晾干备用。

4 试剂

4.1 实验用水:为去离子水或石英玻璃亚沸蒸馏水。

4.2 硝酸, $\rho_{20}=1.42 \text{ g/mL}$,高纯。

4.3 磷酸氢二铵,分析纯。

4.4 金属镉,光谱纯。

4.5 硝酸溶液, $1\%(V/V)$ 。

4.6 基体改进剂:称取 1 g 磷酸氢二铵,加硝酸溶液(4.5)溶解,并稀释至 100 mL 。

4.7 空白尿样:取不接触镉的正常人尿,按体积的 1% 比例加入硝酸(4.2),混匀。

4.8 镉标准溶液

4.8.1 标准贮备液:称取 0.5000 g 金属镉,加 20 mL 硝酸(4.2),加热溶解后,将溶液移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,此溶液 $1 \text{ mL}=1.0 \text{ mg}$ 镉。

4.8.2 临用前,用硝酸溶液(4.5)稀释成 $0,30.0,50.0,100.0,200.0,300.0,400.0 \mu\text{g/L}$ 的标准应用溶液。

4.9 质控样:用标准尿样、加标的模拟尿、接触者混合尿样或加标的正常人混合尿作质控样。

5 采样、运输和保存

用塑料瓶收集尿样,混匀后,尽快测量比重和体积,在尿中按1%(V/V)的比例加入硝酸(4.2),室温下运输,于4℃下可保存两个月。分析前要将尿样充分摇匀。

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	228.8 nm	干 燥	0~100℃ 30 s(斜坡)
			100~200℃ 20 s(斜坡)
狭 缝	0.3 nm	灰 化	400℃ 10 s
灯 电 流	6 mA	原 子 化	1 800℃ 5 s
进 样 量	10 μL	清 洗	2 000℃ 3 s(阶梯)
氩 气	0.5 L/min(原子化停气)		

6.2 样品处理

取1.0 mL尿样(5)于具塞试管中,加1.0 mL基体改进剂(4.6),8.0 mL硝酸溶液(4.5),混匀。

6.3 空白试验

取1.0 mL基体改进剂(4.6),9.0 mL硝酸溶液(4.5),混匀,作为试剂空白对照。

6.4 标准曲线的绘制

6.4.1 取7只具塞试管,按下表配制标准管。

镉标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5	6
不同浓度的标准应用溶液(4.8.2),mL	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
空白尿样(4.7),mL	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
硝酸溶液(4.5),mL	7.0	7.0	7.0	7.0	7.0	7.0	7.0
基体改进剂(4.6),mL	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
镉的浓度,μg/L	0	3.0	5.0	10.0	20.0	30.0	40.0

6.4.2 按6.1条的仪器操作条件,测定各管的吸光度。标准管的吸光度值减去空白管的吸光度值作为纵坐标,标准管的镉浓度为横坐标,绘制标准曲线。

6.5 测定

按仪器操作条件(6.1)测定样品管(6.2)、试剂空白管(6.3)的吸光度,样品管的吸光度减去空白管的吸光度后由标准曲线上查得尿中镉的浓度。在测定前后和每测定10个样品后,测定一个质控样。

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)计算尿中镉的浓度。

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

式中: X——尿中镉的浓度,μg/L;

c ——标准曲线上查得的镉浓度, $\mu\text{g/L}$ 。

8 说明

8.1 本法的检测限为 $0.28 \mu\text{g/L}$; 线性范围 $0 \sim 40.0 \mu\text{g/L}$; 精密度: 当尿镉含量为 $3.0 \mu\text{g/L}$, $10.0 \mu\text{g/L}$, $30.0 \mu\text{g/L}$ 时, 其变异系数分别为 4.6% , 4.1% 和 1.2% ($n=6$)。加标回收率为 $96.4\% \sim 100.7\%$ (加入镉浓度 $3.0 \sim 20.0 \mu\text{g/L}$, $n=6$)。

8.2 所用仪器和石墨管的性能对镉的测定结果有所影响, 故仪器各项条件应按所用仪器调节到最佳测定状态。

8.3 Cr^{6+} , Cu^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} 等离子不干扰测定。

8.4 质控样如使用标准尿样或加标的模拟尿时可考察准确度或精密度。使用接触者尿或加标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。

本标准由河南省新乡市职业病防治研究所和湖北省卫生防疫站负责起草。

本标准主要起草人郝大情、温新玲。

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。