

中华人民共和国卫生行业标准

尿中铍的石墨炉原子吸收光谱 测定方法

WS/T 46—1996

Urine—Determination of beryllium—Graphite
furnace atomic absorption spectrometry

1 主题内容与适用范围

本标准规定了尿中铍的石墨炉原子吸收光谱测定方法。

本法最低检测浓度为 $0.09 \mu\text{g/L}$ 。

本标准适用于接触铍的工人尿中铍的测定。

2 原理

尿样加基体改进剂后,在 234.9 nm 波长下,用石墨炉原子吸收光谱法直接测定尿中铍的浓度。

3 仪器

3.1 原子吸收分光光度计,具石墨炉装置和背景校正装置。

3.2 热解石墨管。

3.3 铍空心阴极灯。

3.4 试管, 5 mL 。

3.5 微量移液器, $20 \mu\text{L}$ 。

3.6 聚乙烯塑料瓶, 50 mL 和 500 mL 。

3.7 尿比重计。

3.8 玻璃仪器和塑料器皿均用 $1+1$ 硝酸浸泡过夜后,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:为去离子水或全玻璃蒸馏器重蒸的水。

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

4.3 硫酸, $\rho_{20}=1.84 \text{ g/mL}$,高纯。

4.4 盐酸, $\rho_{20}=1.19 \text{ g/mL}$,高纯。

4.5 硝酸镁 $[\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,分析纯。

4.6 硝酸镧 $[\text{La}(\text{NO}_3)_3]$,分析纯。

4.7 金属铍,光谱纯。

4.8 基体改进剂:称取 2.5 g 硝酸镁,溶于约 200 mL 水中,加入 0.1 g 硝酸镧, 10 mL 硝酸和 40 mL 硫酸,用水稀释至 1000 mL ,摇匀。

4.9 铍标准溶液:称取 0.0500 g 铍,加入约 5 mL 水和 1 mL 盐酸,加热溶解铍后,用水稀释至

100 mL,此溶液 1 mL=0.5 mg 铍。临用前,用基体改进剂稀释成 0.01 μg/mL 的铍标准溶液。

4.10 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、运输和储存

用塑料瓶收集一次晨尿,混匀后,尽快测量比重。取 20 mL 尿放入 50 mL 塑料瓶中,加 20 mL 基体改进剂,混匀,可在室温下运输;于 4℃ 下至少可保存两周。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工作状态。

波长	234.9 nm	干燥	80~120℃	30 s
灯电流	10 mA	灰化	600~1 500℃	20 s 保持 10 s
狭缝	0.4 nm	原子化	2 600℃	5 s
进样量	20 μL	清洗	2 800℃	3 s
载气流量	300 mL/min,原子化时 30 mL/min			
背景校正	塞曼效应校正或氘灯校正			

6.2 空白试验

取 2 mL 正常人混合尿,加 2 mL 基体改进剂,按 6.1 条的仪器操作条件进行测定。

6.3 样品处理

已加入等体积基体改进剂的尿样,充分摇匀后即可测定。

6.4 标准曲线的绘制

取 6 支试管,按下表配制标准管。

铍标准管的制备

管 号	1	2	3	4	5	6
铍标准溶液,mL	0.10	0.20	0.40	0.80	1.20	2.00
基体改进剂,mL	1.90	1.80	1.60	1.20	0.80	0.00
正常混合尿,mL	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
铍浓度,μg/L	0.50	1.00	2.00	4.00	6.00	10.00

按 6.1 条的仪器操作条件,测定各管和对照管的吸收峰高,以标准管的铍浓度为横坐标,测得的峰高值减去对照管值后作为纵坐标,绘制标准曲线。

6.5 样品测定

按 6.1 条的仪器操作条件,测定样品各管,将测得的峰高值减去空白对照管值后,由标准曲线查得尿样中铍的浓度。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。

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

7.2 按式(2)计算尿中铍的浓度。

$$X = c \times k \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中： X ——尿中铍的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 c ——由标准曲线查得的铍含量， $\mu\text{g/L}$ ；
 k ——尿样换算成标准比重下的浓度校正系数。

8 说明

- 8.1 本法的特征浓度为 $0.09 \mu\text{g/L}$ ，检测限为 $0.09 \mu\text{g/L}$ 。线性范围： $0\sim 4 \mu\text{g/L}$ 。本法的变异系数为 $7.5\%\sim 9.0\%$ （尿铍浓度 $2.0\sim 4.0 \mu\text{g/L}$ ， $n=6$ ）；但是，这些参数随所用石墨管的性能而异。本法准确度：尿样加标回收率为 $94.0\%\sim 101.6\%$ （尿铍浓度 $1.19\sim 6.09 \mu\text{g/L}$ ， $n=6$ ）。
- 8.2 尿样的采集最好采晨尿；若采班前班后尿时，要脱离生产场所，换下工作服，洗净手，以防铍的污染。采样后应尽早加入基体改进剂。
- 8.3 所用的仪器和石墨管的性能对测定有影响，本法所列仪器操作条件供参考。
- 8.4 K^+ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Al^{3+} 、 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 和 Zn^{2+} 等离子不干扰本法。
- 8.5 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。

本标准主要起草人徐伯洪、刘家才。

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。