

# 尿中铬的石墨炉原子吸收光谱法

WS / T 37-1996

1 **原理** 尿样直接注入石墨炉中,通过准确地选择干燥、灰化、原子化的条件,消除尿基体的干扰,在357.9nm波长下,用标准加入法测定铬的浓度。

## 2 仪器

2.1 具盖聚乙烯塑料瓶,500ml。

2.2 具塞刻度试管,5ml。

2.3 微量移液管,20 $\mu$ l。

2.4 原子吸收分光光度计,具热解石墨炉、背景校正装置和铬空心阴极灯。仪器操作条件:干燥100 $^{\circ}$ C,斜坡15s,保持20s,130 $^{\circ}$ C,斜坡10s,保持20s;灰化1200 $^{\circ}$ C,斜坡15s,保持60s;原子化2700 $^{\circ}$ C,4s,停气;清洗2800 $^{\circ}$ C,5s。

3 **试剂** 实验用水为去离子水。

3.1 硝酸,高纯。

3.2 铬标准溶液:称取2.8288g重铬酸钾(在120 $^{\circ}$ C干燥),用水溶解,定量转移入1000ml容量瓶中,加水至刻度。此溶液为1mg/ml铬标准贮备液。临用前,用水稀释成1.0mg/ml铬标准溶液。

4 **样品的采集、运输和保存** 用具盖聚乙烯塑料瓶收集尿样。尽快测量比重后,按9+1的比例加入浓硝酸。在常温下运输,于-8 $^{\circ}$ C冰箱中至少可保存2周。

## 5 分析步骤

5.1 样品处理:将尿样由冰箱中取出,放至室温,充分振荡混合。同时作空白试验:用水按9+1的比例加入浓硝酸。

5.2 标准曲线的绘制(标准加入法):取5支具塞刻度试管,分别加入0.0、0.01、0.02、0.03ml标准溶液,1.10、0.10、0.09、0.08、0.07ml水,然后,第1管不加,其余各管加1.0ml尿样,配制成0、0、10、20、30 $\mu$ g/L铬标准系列。参照仪器操作条件,将原子吸收分光光度计调至最佳测定状态。进样20 $\mu$ l,测定各管的吸光度。以各管的吸光度减掉第1管的吸光度为纵坐标,铬浓度为横坐标,绘制标准曲线。

5.3 样品测定:将标准曲线外延,与横坐标相交,交点到原点的距离为尿样中铬的浓度。按下(1)式换算成标准比重时的浓度。分析大批样品时,可采用标准加入计算法定量。即取两只具塞刻度试管中,各加1.0ml尿样;然后,一管加入一定量的铬标准溶液(加入铬产生的吸光度应接近原尿样吸光度的一半),另一管加同体积的水,同时作空白。参照仪器操作条件,将原子吸收分光光度计调至最佳测定状态。进样20 $\mu$ l,测定各管的吸光度。由两样品的吸光度减掉空白的吸光度,按(2)式计算出标准比重时尿铬的浓度。

## 6 计算

6.1 标准加入法按(1)式计算标准比重下尿中铬的浓度:

$$C=c \times k \quad (1)$$

式中:C—尿中铬的浓度, $\mu$ g/L;c—由标准加入法测得的铬的浓度, $\mu$ g/L;k—尿样换算成标准比重下浓度的校正系数。

6.2 标准加入计算法按(2)式计算尿中铬的浓度:

$$C=\frac{A_m}{A_m-A_o} \times c \times k \quad (2)$$

式中:C—尿中铬的浓度, $\mu$ g/L; $A_m$ —样品加标的吸光度减去空白的吸光度; $A_o$ —样品加水的吸光度减去空白的吸光度;c—尿加标相当的尿铬浓度,

$\mu\text{g/L}$ ;  $k$ —尿样换算成标准比重下浓度的校正系数。

## 7 说明

7.1 本法的最低检测浓度为 $0.4\mu\text{g/L}$ (按取 $2\sim 4\text{ml}$ 尿样计); 测定范围为 $0\sim 120\mu\text{g/L}$ ; 相对标准偏差为 $3.0\%\sim 5.8\%$ (尿铬浓度为 $9\sim 90\mu\text{g/L}$ ,  $n=6$ ); 加标回收率为 $95.5\%\sim 103.6\%$ (尿铬浓度为 $7.2\sim 32.2\mu\text{g/L}$ , 加标量为 $9\sim 90\mu\text{g/L}$ ,  $n=6$ )。

7.2 用硝酸酸化尿样可提高稳定性, 改进基体, 防止氯化铬(沸点低)挥发损失。市售的硝酸常含相当量的铬, 使用前应按样品测定条件检查, 必要时蒸馏后再用。

7.3 本法的特点是样品不经前处理, 直接进样分析。不使用任何背景校正器, 依靠准确地选择仪器操作条件, 特别是样品灰化条件, 除去尿基体的干扰。测定基体复杂的尿样时亦可使用背景校正器。尿铬的挥发温度略高于基体的挥发温度, 因此在选择灰化温度时, 应控制到基体基本除掉而铬无明显损失的程度。

7.4  $0.05\mu\text{g/L}$   $\text{Fe}^{2+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$ 、 $\text{V}^{6+}$ 、 $\text{Mo}^{6+}$ 、 $\text{Ti}^{4+}$ ,  $150\mu\text{g/L}$   $\text{Ni}^{2+}$ 不干扰测定。

7.5 本法由辽宁省劳动卫生职业病防治研究所李金泰等同志研制。