

尿中镉的石墨炉原子吸收光谱法

WS / T 32-1996

1 原理 尿样加基体改进剂和稀硝酸稀释后，直接用石墨炉原子吸收光谱法测定镉的浓度。

2 仪器

2.1 具盖聚乙烯塑料瓶，500ml。

2.2 尿比重计。

2.3 具塞试管，10ml。

2.4 微量移液管，10 μ l。

2.5 石墨炉原子吸收分光光度计，具背景校正装置和镉空心阴极灯。仪器操作条件：干燥60 $^{\circ}$ C~100 $^{\circ}$ C，30s；灰化100~200 $^{\circ}$ C，20s，400 $^{\circ}$ C，10s；原子化1800 $^{\circ}$ C，6s(停气)；清洗2000 $^{\circ}$ C，3s。

3 试剂 实验用水为去离子水。

3.1 硝酸，高纯。

3.2 硝酸溶液，1% (V / V)。

3.3 基体改进剂：称取1g磷酸氢二铵[(NH₄)₂HPO₄]，加硝酸溶液溶解，并稀释至100ml，

3.4 空白尿样：取不接触镉的正常人尿，按100+1的比例加入硝酸，混匀。

3.5 镉标准溶液：准确称取0.5000g金属镉(光谱纯)，加20ml硝酸，加热溶解，将溶液移入500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，此溶液为1.0mg / ml镉标准贮备液。临用前，用硝酸溶液稀释成0.1 μ g / ml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，混匀后，尽快测量比重，按100+1的比例加入硝酸，室温下运输。于4 $^{\circ}$ C下可保存2个月。

5 分析步骤

5.1 样品处理：将尿样充分混匀后，取1.0ml尿样于具塞试管中，加入1.0ml基体改进剂，8.0ml硝酸溶液，混匀。同时作试剂空白：1.0ml基体改进剂加9.0ml 1%硝酸溶液，混匀。

5.2 标准曲线的绘制：取7只具塞试管，分别加入0.0、0.03、0.05、0.1、0.2、0.3、0.4ml标准溶液，各加硝酸溶液至8.0ml，再加1.0ml空白尿样和1.0ml基体改进剂，配制成0.0、3.0、5.0、10.0、20.0、30.0、40.0 μ g / L镉标准系列。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10 μ l，测定各管的吸光度。标准管的吸光度减去第1管的吸光度为纵坐标，镉浓度(μ g / L)为横坐标，绘制标准曲线。

5.3 样品测定：用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和试剂空白溶液；测得的样品吸光度值减去试剂空白吸光度值后，由标准曲线得镉的浓度(μ g / L)。

6 计算 按下式计算尿中镉的浓度：

$$C=c \times k$$

式中：C——尿中镉的浓度， μ g / L；c——由工作曲线查得的镉浓度， μ g / L；C——尿样换算成标准比重下的浓度校正系数。

7 说明

7.1 本法最低检测浓度为0.28 μ g/L(按取1ml尿样计)；测定范围为0~40 μ g / L；相对标准偏差为4.6%、4.1%和1.2%(尿镉浓度分别为3.0、10.0和30.0 μ g / L, n=6)；加标回收率为96.4%~100.7%(加镉浓度3.0~20. μ g / L, n=6)。

7.2 采用磷酸氢二铵基体改进剂，克服了由于尿液成分不稳定而造成的基体干扰；

尿液用不同浓度(0.5%~5%)硝酸溶液稀释10、100倍后测定, Cr、Cu、Fe、Mn、Ni、Zn、Pb等离子不干扰测定。

7.3 镉的回收率为97.6%~101.9%。

7.4 本法由河南省新乡市职业病防治研究所郝大情等同志研制。