

前 言

本标准适用于检测职业接触人群尿中铜的浓度。本标准是参考了国外的检测方法,结合我国情况经过实验室研究和现场验证后提出的。

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准起草单位:河南省新乡市职业病防治研究所。

本标准主要起草人:郝大情、田国均、温新玲、梁禄。

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。

中华人民共和国卫生行业标准

尿中铜的石墨炉原子吸收光谱 测定方法

WS/T 94—1996

Urine—Determination of copper—Graphite furnace
atomic absorption spectrometry method

1 范围

本标准规定了石墨炉原子吸收光谱法测定尿中铜浓度的方法。
本标准适用于职业接触人群尿中铜浓度的检测。

2 原理

尿样用1%硝酸溶液稀释后直接进样,在324.8 nm波长下,用石墨炉原子吸收光谱法测定铜的浓度。

3 仪器

- 3.1 玻璃和塑料器皿均用20%(V/V)硝酸溶液浸泡过夜,用去离子水冲洗干净,避尘晾干备用。
- 3.2 聚乙烯塑料瓶,250 mL。
- 3.3 具塞比色管,10 mL。
- 3.4 微量移液管,10 μ L。
- 3.5 铜空心阴极灯。
- 3.6 原子吸收分光光度计,具石墨炉和背景校正装置。

仪器操作条件

波长:324.8 nm

干燥:25~100 C 20 s(斜坡)

狭缝:0.4 nm

100~200 C 20 s(斜坡)

灰化:500 C 10 s(阶梯)

灯电流:3 mA

原子化:2200 C 3 s(阶梯)

进样量:10 μ L

清洗:2400 C 2 s(阶梯)

背景校正:氘灯校正

保护气(Ar):0.5 L/min 原子化时停气

4 试剂

- 4.1 实验用水:为去离子水或石英亚沸蒸馏水。
- 4.2 硝酸, $\rho_{20}=1.40$ g/mL,优级纯。
- 4.3 硝酸溶液,1%(V/V)。
- 4.4 空白尿样:取若干正常人尿样,按100+1的比例加入硝酸(4.2),混匀。
- 4.5 铜标准溶液:采用GBW08615水中铜成分分析标准物质,标准值为1 000 μ g/mL。临用前用硝酸

溶液(4.3)逐级稀释成浓度为0,15,30,50,100,150,200 μg/L的标准应用液。

5 采样、运输和保存

用聚乙烯塑料瓶收集尿样,混匀后尽快测量比重,在尿中按100+1的比例加入浓硝酸(4.2),室温下运输,于4℃下可保存两周。

6 分析步骤

6.1 样品处理

将尿样充分混匀,取1.0 mL于具塞比色管中,加4.0 mL硝酸溶液(4.3)混匀供测定用。以硝酸溶液(4.3)作为试剂空白。

6.2 标准曲线的绘制

取7只具塞比色管,按表1配制标准管。

表1 尿铜标准管的配制

管号	0	1	2	3	4	5	6
不同浓度的铜标准应用液, mL	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
空白尿样, mL	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
硝酸溶液(4.3), mL	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
铜的浓度, μg/L	0	15	30	50	100	150	200

将仪器调节到最佳状态,测定各管的吸光度,每个浓度测定3次,求平均值,以吸光度均值为纵坐标,铜的浓度(μg/L)为横坐标,绘制标准曲线。

6.3 测定

在标准曲线测定的同样条件下,测定样品和试剂空白的吸光度,以测得的样品的吸光度减去试剂空白的吸光度后,由标准曲线查得尿中铜的浓度(μg/L)。

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。

$$k = \frac{1.020 - 1.000}{d - 1.000} \dots\dots\dots(1)$$

式中: d —— 尿样实测比重。

7.2 按式(2)计算尿中铜的浓度

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

式中: C —— 尿中铜的浓度, μg/L;

c —— 由标准曲线上查得的铜浓度, μg/L;

k —— 换算成标准比重下的浓度校正系数。

8 说明

8.1 本法的最低检出浓度为2.0 μg/L(取尿样1 mL);线性范围0~200 μg/L;相对标准偏差为2.3%~4.2%(尿铜浓度为30.4~122.5 μg/L, n=6);加标回收率为98.8%~99.4%(尿铜本底浓度为17.5~65.4 μg/L,加标浓度为15.0~80.0 μg/L, n=6)。

8.2 影响测定的因素

8.2.1 采样和分析时,要防止铜的污染。

8.2.2 使用不同型号的原子吸收分光光度计或不同规格的石墨管时,本法的最低检出浓度、精密度、准确度等参数都会有所影响。要将仪器调至最佳测定状态进行测定。

8.2.3 用不同浓度(0.5%~5%)的硝酸溶液稀释尿样,对尿铜的测定基本无影响,但随着酸浓度的增加,石墨管的寿命明显降低。

8.3 尿样按 100+1 的比例加入浓硝酸,于 4℃ 至少可以保存两周,铜的回收率为 99.4%~100.8%。

8.4 当尿铜含量为 36.61 μg/L 时,1.0 mg/L As^{3+} 、 Sn^{2+} ,0.1 mg/L Cd^{2+} 、 Hg^{2+} ,0.2 mg/L Cr^{6+} 、 Mn^{2+} 、 Pb^{2+} ,0.4 mg/L Ni^{2+} ,2.0 mg/L Fe^{3+} ,100.0 mg/L Zn^{2+} 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} 及 200.0 mg/L Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 等离子不干扰测定。

8.5 本法不需酸消化样品,操作简便快速。
