

尿中锡的石墨炉原子吸收光谱法

1 **原理** 尿样用磷酸氢二铵溶液稀释后，在286.3nm波长下，直接用石墨原子吸收光谱法测定。

2 仪器

2.1 具盖聚乙烯塑料瓶，500ml。

2.2 尿比重计。

2.3 具塞比色管，10ml。

2.4 具塞塑料离心管，1ml。

2.5 微量移液器，10 μ l、100 μ l。

2.6 原子吸收分光光度计，具石墨炉、背景校正装置和锡空心阴极灯。仪器操作条件：

干燥100 $^{\circ}$ C，40s；灰化1300 $^{\circ}$ C，30s；原子化2700 $^{\circ}$ C，5s；清除2800 $^{\circ}$ C，4s。

3 **试剂** 实验用水为去离子水。

3.1 硝酸，优级纯。

3.2 硝酸(优级纯)溶液，1% (V/V)。

3.3 磷酸氢二铵溶液，100g/L。

3.4 锡标准溶液：用硝酸溶液稀释国家认可的锡标准溶液成1.0 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一次尿样约100ml。尽快测量比重后，取10ml置于具塞比色管中，加0.1ml硝酸，混匀。在常温下应尽快运输，置于冰箱中可保存3天。

5 分析步骤

5.1 样品处理：从冰箱中取出尿样，恢复到室温后，充分摇匀。取0.1ml置于具塞塑料离心管中，加入0.9ml磷酸氢二铵溶液，混匀后，供测定。同时制备试剂空白：1+9水+磷酸氢二铵溶液。

5.2 标准曲线的绘制：取4只具塞塑料离心管，分别加入0.0、0.020、0.050、0.10ml标准溶液，加磷酸氢二铵溶液至0.90ml，再各加0.10ml正常人混合尿，制备成0、20、50、100 μ g/L锡标准系列。参照仪器操作条件，将原子吸收分光光度计调节至最佳测定状况；进样10 μ l，测定各标准系列管的吸光度值。从第2~4管的吸光度值中减去第1管的吸光度值后对锡的浓度(μ g/L)绘制标准曲线。

5.3 样品测定：用测定标准系列的条件测定样品溶液和试剂空白。由样品的吸光度值减去试剂空白的吸光度值后，由标准曲线得稀释尿样中锡的浓度(μ g/L)。

6 **计算** 按式(1)计算尿样中锡的浓度：

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

式中：C——尿中锡的浓度， μ g/L；c——由标准曲线得的稀释尿样中锡的浓度， μ g/L；f——尿样稀释倍数；k——尿样换算成标准比重下浓度的校正系数。

7 说明

7.1 本法的最低检出浓度为4.8 μ g/L；测定范围为0~100 μ g/L；相对标准偏差为1.9%~4.7% (尿锡浓度为20~100 μ g/L，n=6)；加标回收率为98.0%~102.8% (尿锡浓度为15.9~44.0 μ g/L，n=6)。

7.2 当Mg²⁺浓度为1000 μ g/L，Mn²⁺为50 μ g/L，Cu²⁺ μ g/L时，对本法无干扰，Fe³⁺达到400 μ g/L时呈负干扰。

7.3 本法由北京市劳动卫生职业病防治研究所赵达维等同志研制。

Radtek Radtek Radtek
Radtek Radtek Radtek
Radtek Radtek Radtek