

中华人民共和国卫生行业标准

尿中锌的火焰原子吸收光谱 测定方法

WS/T 95—1996

Urine—Determination of zinc—Flame atomic
absorption spectrometric method

1 范围

本标准规定了火焰原子吸收光谱法测定尿中锌浓度的方法。

本标准适用于人尿中锌浓度的测定。

2 原理

尿样用1%硝酸稀释后,在213.8 nm波长下,用乙炔-空气火焰原子吸收光谱法测定锌含量。

3 仪器

3.1 聚乙烯塑料瓶,100 mL。

3.2 尿比重计。

3.3 具塞比色管,10 mL。

3.4 玻璃和塑料器皿均用10%硝酸浸泡过夜,用去离子水冲洗干净,避尘晾干备用。

3.5 锌空心阴极灯。

3.6 原子吸收分光光度计,具乙炔-空气燃烧装置。仪器测定条件:参照下列仪器条件,将原子吸收分光光度计调至最佳测定状态。

波长 213.8 nm

乙炔流量 1.2 L/min

灯电流 3 mA

空气流量 6.0 L/min

狭缝 0.2 nm

4 试剂

4.1 实验用水:为去离子水或用石英玻璃亚沸蒸馏水。

4.2 盐酸, $\rho_{20}=1.18$ g/mL,优级纯。

4.3 硝酸, $\rho_{20}=1.46$ g/mL,优级纯。

4.4 硝酸溶液,10%(V/V)。

4.5 硝酸溶液,1%(V/V)。

4.6 金属锌,光谱纯。

4.7 锌标准溶液:称取0.1000 g金属锌,溶于10 mL盐酸中,用水转移入100 mL容量瓶中,并稀释至刻度,配制成1 mg/mL储备液;再用硝酸溶液(4.5)稀释成10 μ g/mL的标准溶液。

4.8 质控样:GBW09102和GBW09103冻干人尿(痕迹金属)成分分析标准物质或GBW09104和GBW09105冻干人尿锌成分分析标准物质或尿样加标或模拟尿加标。

5 采样

用聚乙烯塑料瓶收集尿样 50 mL 左右, 尽快测量比重和体积, 按 1%(V/V) 的比例加入硝酸, 室温下运输。于 4℃ 冰箱中可保存一周。

6 分析步骤

6.1 样品处理

将加酸处理的尿样混匀后, 经普通滤纸过滤, 再经慢速定量滤纸抽滤, 除去沉渣。收集滤液 1~10 mL 于 10 mL 比色管中, 用硝酸溶液(4.5)稀释至刻度, 混匀, 供测定用。于另一 10 mL 比色管中注入 10 mL 硝酸溶液(4.5)作为试剂空白。

6.2 标准曲线的绘制

取 6 个比色管, 按表 1 配制标准管。

表 1 锌标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
标准溶液, mL	0	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50
硝酸溶液(4.5), mL	10.0	9.9	9.8	9.7	9.4	9.5
锌的浓度, $\mu\text{g/mL}$	0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5

将仪器按测定条件调节到最佳状态, 测定各管的吸光度, 每个浓度测定 3 次, 求平均值。以 1~5 号管的吸光度减去 0 号管的吸光度为纵坐标, 锌的浓度($\mu\text{g/mL}$)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吸光度; 以测得的样品吸光度减去试剂空白的吸光度后, 由标准曲线查得锌的浓度($\mu\text{g/mL}$)。

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。

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

式中: k ——浓度校正系数;

d ——尿样实测比重。

7.2 按式(2)计算尿中锌的浓度。

$$C = \frac{c \times v \times \alpha}{V} \cdot k \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: C ——尿中锌的浓度, mg/L;

c ——由标准曲线上查得的锌的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

v ——样品处理后所得样品溶液的体积, mL;

V ——取样体积, mL;

α ——换算系数(稀释倍数, $\alpha=10\sim 1$);

k ——浓度校正系数。

8 说明

8.1 本法的最低检出浓度为 0.01 mg/L(以最小取尿量为 1 mL 计算); 线性范围 0~0.5 $\mu\text{g/mL}$; 相对标准偏差(RSD)为 2.2%~3.2%(尿锌浓度为 0.55~2.25 $\mu\text{g/mL}$, $n=6$); 准确度: 加标回收率为 95%~103%(加标浓度 0.1~0.4 $\mu\text{g/mL}$, $n=12$); 用本法测定 GBW09102 和 GBW09103 人尿标样, 测定结

果与标准值相符。

8.2 采样和分析时,严防污染,特别是不得接触橡胶制品。尿样按 1%(V/V)比例加入浓硝酸,4℃可保存一周。

8.3 在不同的原子吸收分光光度计上,选择各自的最佳测试条件。

8.4 按 7.2 中式(2)计算尿中锌的浓度时,因 $V=v=10$,故须在分子上乘上换算系数(稀释倍数) α ,本法 $\alpha=10\sim 1$ 。