

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℃ 20 s(斜坡)

狭缝:0.4 nm

100~200℃ 20 s(斜坡)

灰化:500℃ 10 s(阶梯)

灯电流:3 mA

原子化:2200℃ 3 s(阶梯)

进样量:10 μ L

清洗:2400℃ 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

中华人民共和国卫生部 1997-01-11 批准

1997-09-01 实施

WS/T 94—1996

溶液(4.3)逐级稀释成浓度为0,15,30,50,100,150,200 $\mu\text{g/L}$ 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, $\mu\text{g/L}$	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($\mu\text{g/L}$)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($\mu\text{g/L}$)。

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。

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

式中: d ——尿样实测比重。

7.2 按式(2)计算尿中铜的浓度

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

式中: C ——尿中铜的浓度, $\mu\text{g/L}$;

c ——由标准曲线上查得的铜浓度, $\mu\text{g/L}$;

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 $\mu\text{g/L}$ (取尿样1 mL);线性范围0~200 $\mu\text{g/L}$;相对标准偏差为2.3%~4.2%(尿铜浓度为30.4~122.5 $\mu\text{g/L}$, $n=6$);加标回收率为98.8%~99.4%(尿铜本底浓度为17.5~65.4 $\mu\text{g/L}$,加标浓度为15.0~80.0 $\mu\text{g/L}$, $n=6$)。

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。

WS/T 94—1996

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 $\mu\text{g/L}$ 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。