

尿铍的石墨炉原子吸收光谱法

WS/T 46-1996

1 原理 尿样加入基体改进剂后，直接用石墨炉原子吸收分光光度法测定。

2 仪器

2.1 具盖聚乙烯塑料瓶，500ml。

2.2 尿比重计。

2.3 具盖聚乙烯塑料管，10ml。

2.4 石墨炉原子吸收分光光度计，装备背景校正装置和铍空心阴极灯。仪器操作条件：干燥80~120℃ 30s；灰化600~1500℃，20s，保持10s；原子化2600℃，6s；清洗2800℃，3s。

3 试剂 实验用水为去离子水。

3.1 基体改进剂：称取0.25g硝酸镁[Mg(NO₃)₂·6H₂O]和0.01g硝酸镧[La(NO₃)₃]，溶于约20ml水中，加入1ml硝酸(高纯)，用水稀释至100ml。

3.2 铍标准溶液：准确称取0.5000g金属铍，加约50ml水和10ml浓盐酸(高纯)，加热溶解后，用水稀释至1000ml。此溶液为500 μg/ml铍标准贮备液。使用前，用1+99硝酸溶液稀释成1.0 μg/ml铍的标准溶液。

4 样品的采集、运输和保存 用具盖聚乙烯塑料瓶收集尿样，尽快测量比重后，取2.0ml，置于具盖聚乙烯塑料管中，加入2.0ml基体改进剂，摇匀。常温下尽快运输，置于4℃冰箱内可保存2周以上。

5 分析步骤

5.1 样品处理：加过基体改进剂的尿样，不需作任何处理，即可直接测定。置于冰箱的样品，需待其温度恢复至实验室温度后，供测定。同时，用1.0ml水加1.0ml基体改进剂作空白样品。

5.2 工作曲线的绘制：取5只具盖聚乙烯塑料管，分别加入0、10、20、30、40 μl标准溶液，各加入1.0 ml正常人混合尿，配制成0、10、20、30、40 μg/L铍标准系列。向各管中加入1ml基体改进剂，摇匀。参照仪器操作条件，将石墨炉原子吸收分光光度计调节至最佳操作条件。使用背景校正，在234.9nm波长下，进样20 μl分别测定各标准管，记录峰高或峰面积。减第1管峰高或峰面积值后，以铍的浓度(μg/L)为横坐标，峰高为纵坐标，绘制工作曲线。

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，由标准曲线得铍的浓度(μg/L)。

6 计算 按下式计算尿中铍的浓度：

$$C=c \times k$$

式中：C——尿中铍的浓度，μg/L；c——由工作曲线查得的铍浓度，μg/L；k—尿样换算成标准比重下的浓度校正系数。

7 说明

7.1 本法的最低检出浓度为0.09 μg/L(按取2ml尿样计)；特征浓度为0.42 μg/L；相对标准偏差为4.2%~9.0%(尿铍浓度为2.0~20.0 μg/L，n=6)；尿样加标回收率为94.0%~101.6%(尿铍的本底浓度为1.19~6.09 μg/L，加标浓度为2.0~10.0 μg/L，n=6)。但方法的特征浓度和线性范围与所用的石墨管的性能和仪器操作条件有关。

7.2 尿样采集的时间不限，因铍在机体内的半减期较长。在班前采集较好，可避免或减少污染的机会。

7.3 加基体改进剂后，尿中共存的常量元素和微量元素铝、铜、铅和锌等均不干

扰测定。

7.4 本法由中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所徐伯洪和刘家才等同志研制。