

尿中镉的火焰原子吸收光谱法

WS/T 31-1996

1 **原理** 尿中镉在弱酸性条件下被巯基棉吸附、富集后用稀盐酸溶液解吸，于228.8nm波长下，用乙炔-空气火焰原子吸收光谱法测定镉的浓度。

2 仪器

2.1 具盖聚乙烯塑料瓶，500ml。

2.2 分液漏斗，250ml，活塞下端管长约9cm，直径约0.5cm。

2.3 原子吸收分光光度计，具镉空心阴极灯。

3 **试剂** 实验用水为去离子水。

3.1 盐酸(优级纯)溶液，0.2mol/L。

3.2 盐酸(优级纯)溶液，1mol/L。

3.3 氢氧化钠溶液，10mol/L。

3.4 精密pH试纸，4.6~7.0。

3.5 巯基棉，取100ml硫代乙醇酸、70ml乙酸酐、32ml乙酸、0.3ml浓硫酸(优级纯)混合，加入30g优质脱脂棉，浸泡，密封后于40℃保温3天。用耐酸抽滤漏斗抽滤，蒸馏水冲洗至中性，35℃烘干，置于棕色瓶中保存。

3.6 镉标准溶液：准确称取0.5000g金属镉(光谱纯)，加20ml浓硝酸(高纯)，加热溶解后移入500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，此溶液为1mg/ml镉标准贮备液。临用前，用水稀释成浓度分别为3.0、10.0、20.0、40.0μg/L镉标准溶液。

4 **样品的采集、运输和保存** 用具盖聚乙烯塑料瓶收集尿样，混匀后，尽快测量比重；按100ml尿样加1ml浓盐酸。室温下运输。于4℃下可保存2个月。

5 分析步骤

5.1 样品处理：取100ml酸化后的尿液，加入到活塞下装有0.1g巯基棉的分液漏斗中，用10mol/L氢氧化钠溶液和1mol/L盐酸溶液调pH至5.0~6.0，以小于6ml/min的流量过滤。用5ml水洗涤巯基棉，待滤尽后加入10ml 0.2mol/L盐酸溶液解吸，过滤速度与富集速度相同。收集解吸液于10ml容量瓶中，混匀，供测定。同时取100ml水代替尿样，同样处理，作为试剂空白。

5.2 标准曲线的制备：取5个分液漏斗，第1个加入100ml水，其余分别加入100ml不同浓度标准溶液，各加1ml盐酸，配制成0、3、10、20、40μg/L镉标准系列。各分液漏斗按样品处理。然后将原子吸收分光光度计调至最佳测定状态。测定标准系列各管的吸光度。以第2~5管的吸光度减去第1管的吸光度为纵坐标，镉的浓度(μg/L)为横坐标，绘制标准曲线。

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，由标准曲线得镉的浓度(μg/L)。

6 **计算** 按下式计算尿中镉的浓度：

$$C=c \times k$$

式中：C—尿中镉的浓度，μg/L；c—由标准曲线上查出的镉浓度，μg/L；k—换算成标准比重下的浓度校正系数。

7 说明

7.1 本法的最低检测浓度为0.22μg/L(按取100ml尿样计)；测定范围0~40μg/L；相对标准偏差为1.2%~4.9%(尿镉浓度为4.1~31.2μg/L，n=6)；加标回收率为99.8%~101.4%(加标浓度为3.0~30.0μg/L，n=6)。

7.2 尿样消化后富集与直接富集的方法所测定的结果没有显著性差异。

7.3 在仪器操作条件中，必须保持火焰的贫燃状态。

7.4 塞入漏斗的巯基棉松紧程度要适中。尿样过滤流速不得大于6ml / min，避免富集不完全。

7.5 巯基棉的质量与结合在棉花纤维上巯基的多少有关。好的巯基棉应有明显的巯基臭味，棉花纤维应有一定的韧性。在紫外光照射下，巯基可被氧化，减低与金属结合的能力，故巯基棉必须避光保存。尿液的酸度对巯基棉的富集效率和解吸效率都有明显影响，最佳的吸附pH为5.0~6.0。0.1~0.2mol / L盐酸溶液可使98.8%的镉解吸下来。0.1g巯基棉的吸附容量至少为50 μ g镉。

7.6 共存物的干扰：锌与镉的富集酸度相近，但是，5.2mg / L的锌对富集尿镉没有明显的竞争性抑制。

7.7 本法由湖北省卫生防疫站温新玲等研制。