

附录 A
(资料性附录)
仪器操作条件

参考表 A.1 仪器操作条件或仪器说明书,将仪器工作条件调整至最佳状态。

表 A.1 仪器操作条件

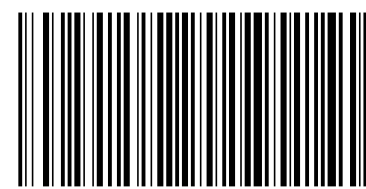
名称	参数	名称	参数
硼氢化钾(KBH ₄)溶液	1.5%	盐酸(HCl)溶液	7%
原子化器温度	1 000 °C	原子化器高度	7 mm
负高压	270 V	灯电流	50 mA
载气流量	300 mL/min	屏蔽气流量	600 mL/min
进样体积	1.0 mL		

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 474—2015

尿中砷的测定 氢化物发生原子荧光法

Determination of arsenic in urine by hydride generation atomic
fluorescence spectrometry



WS/T 474-2015

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-28067

定价: 14.00 元

2015-05-07 发布

2015-11-01 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会 发布

7.3 样品测定

用测定标准系列的操作条件测定样品和空白对照溶液。测得的样品荧光强度减去空白对照荧光强度值后,由标准曲线回归方程法计算砷含量。在测定前后,以及每测定 10 个样品后,测定一次质控样品。

8 计算

8.1 按式(1)计算尿样在标准相对密度(1.020)下的浓度校正系数(k)。

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

式中:

ρ ——实测相对密度。

8.2 按式(2)计算尿中砷含量。

$$X = \frac{m}{V} \cdot k \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X ——尿中砷的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m ——由标准曲线回归方程法计算出砷含量,单位为微克(μg);

V ——分析时所取尿样体积,单位为毫升(mL); $V = \frac{10}{25} \times 5 \text{ mL} = 2 \text{ mL}$;

k ——浓度校正系数(8.1)。

9 说明

9.1 本法最低检测质量为 0.50 ng,若进样 1 mL 测定,则最低检测浓度为 0.50 $\mu\text{g/L}$;测定范围为 0 μg ~0.40 μg ;精密密度为 2.5%~4.9%($n=6$),正常人混合尿样加标回收率为 95.6%~110.0%(加标浓度为 0.010 mg/L, 0.025 mg/L, 0.060 mg/L, $n=6$)。

9.2 盐酸溶液和硼氢化钾溶液的浓度对氢化物反应的影响很大,同一批样品测定时,影响测定的因素应严格控制一致。

9.3 尿样含砷量超出测定范围,可将样品增加稀释倍数测定,计算砷含量时再乘以稀释倍数。

9.4 尿样消化时,温度应保持无泡沫溢出或避免液体溅到瓶壁,并防止碳化。

9.5 玻璃和聚乙烯塑料器皿在使用前均用 15%(体积分数)硝酸溶液浸泡 24 h 以上,纯水冲洗干净后晾干。

中华人民共和国卫生
行业标准
尿中砷的测定 氢化物发生原子荧光法
WS/T 474—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2015 年 6 月第一版 2015 年 6 月第一次印刷

*

书号:155066·2-28067 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

5 溶液配制

- 5.1 混合酸:分别取硝酸、硫酸和高氯酸按 3:1:1 体积混合。
- 5.2 盐酸溶液:取 7 mL 盐酸,加纯水至 100 mL。
- 5.3 氢氧化钾溶液:称取 5 g 氢氧化钾溶解后,加纯水至 1 000 mL。
- 5.4 硼氢化钾溶液:称取 15 g 硼氢化钾,溶解于 1 000 mL 氢氧化钾溶液中。
- 5.5 氢氧化钠溶液:称取 40 g 氢氧化钠溶解后,加纯水至 1 000 mL。
- 5.6 硫脲-抗坏血酸溶液:称取 12.5 g 硫脲,溶于约 80 mL 纯水中,加热溶解,冷却后,加入 12.5 g 抗坏血酸,溶解后,加纯水至 100 mL;贮存于棕色瓶中,可保存一个月。
- 5.7 砷标准应用液:称取经 105 °C 干燥 2 h 的三氧化二砷 0.132 0 g,加入 10 mL 氢氧化钠溶液使之溶解,加 5 mL 盐酸,转入 1 000 mL 容量瓶中,用纯水定容至刻度,混匀。此溶液为 100.0 μg/mL 砷标准储备液,置于冰箱内保存。临用前,将此溶液逐级稀释成浓度为 1.00 μg/mL 的砷标准应用液。或用国家认可的砷标准溶液配制。

6 尿样的采集、运输和保存

用聚乙烯塑料瓶收集尿液,混匀后,尽快测定相对密度。取 25 mL 尿液,放入 50 mL 聚乙烯塑料瓶中,可在室温下(或放于 4 °C 冰盒中保存)尽快运输,于 -18 °C 下保存。分析前需将尿样复融后彻底摇匀。

7 分析步骤

7.1 样品处理

取 5 mL 尿样置于锥形烧瓶中,加入 15 mL 混合酸,置电热板上,在较低温度下加热消化至冒白烟,溶液无色透明为止,不得蒸干。冷却后,用纯水定量转移至 25 mL 容量瓶中,加纯水至刻度,混匀。取出 10 mL 置于另一具塞刻度试管中,加入 2.0 mL 硫脲-抗坏血酸溶液,混匀,供测定。若样品溶液砷含量超过测定范围,可用纯水稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

7.2 标准曲线的制备

取 6 个锥形烧瓶,按表 1 配制标准管。

表 1 尿砷标准管的配制

管号	0	1	2	3	4	5
砷标准应用液/mL	0	0.05	0.10	0.20	0.30	0.40
正常人混合尿/mL	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
砷的含量/μg	0	0.05	0.10	0.20	0.30	0.40

参照附录 A 仪器操作条件,将原子荧光光度计调节至最佳测定条件,分别测定标准系列,每个浓度重复进样测定 3 次,以加入标准的砷含量为横坐标,测得的峰高值减去零号管的峰高值后作为纵坐标,绘制标准曲线。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准起草单位:中国医科大学公共卫生学院、中国疾病预防控制中心地方病控制中心地氟病防治研究所、内蒙古自治区地方病防治研究中心。

本标准主要起草人:孙贵范、姜泓、刘霁新、李冰、高彦辉、夏雅娟、纪晓红、王伟。