

中华人民共和国卫生行业标准

尿中汞的冷原子吸收光谱测定方法

(二) 酸性氯化亚锡还原法

WS/T 26—1996

Urine—Determination of mercury—Cold
atomic absorption spectrometric method—

II Acidic stannous chloride reduction method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了尿中汞的冷原子吸收光谱测定方法(二)酸性氯化亚锡还原法。

本法最低检测浓度为 0.000 8 mg/L。

本标准适用于正常人和接触汞蒸气及各种无机汞、有机汞化合物的工人尿中总汞的测定。

2 原理

尿样加硫酸、高锰酸钾于 50℃ 消化破坏尿中有机物质,使结合态汞转变为汞离子,再用氯化亚锡还原成元素态汞被空气流送入测汞仪的检测管内测量吸光度定量。

3 仪器

3.1 测汞仪。

3.2 大型气泡吸收管或汞蒸气发生瓶。

3.3 聚乙烯塑料瓶,100 mL。

3.4 尿比重计。

3.5 玻璃仪器和塑料器皿均用 1+1 硝酸浸泡过夜,冲洗干净,晾干后备用。

4 试剂

本标准所用试剂除另有说明者外,均为分析纯试剂。

4.1 实验用水:为去离子水或全玻璃蒸馏器重蒸的水。

4.2 硫酸, $\rho_{20}=1.84$ g/mL。

4.3 硝酸, $\rho_{20}=1.42$ g/mL。

4.4 高锰酸钾溶液,50 g/L。

4.5 盐酸羟胺溶液,200 g/L。

4.6 酸性氯化亚锡溶液,200 g/L,临用前以 1+99 硫酸溶液配制。

4.7 汞保存液:称取 0.1 g 重铬酸钾($K_2Cr_2O_7$),溶于 1L 5+95 硝酸中。

4.8 汞标准贮备液:称取 0.1354 g 氯化汞($HgCl_2$)溶于 100 mL 汞保存液(4.7)中,此液 1 mL = 1 mg Hg^{2+} 。

4.9 汞标准应用液:用汞保存液(4.7)把汞标准贮备液(4.8)稀释成 1 mL = 0.2 μg Hg^{2+} 的溶液,放冰箱内可保存一个月。

4.10 质控样:用标准尿样、加标模拟尿、接触者混合尿或加标正常人混合尿作质控样。

5 采样、运输和保存

用聚乙烯瓶收集一次尿样,当日测量比重后测定。

6 分析步骤

6.1 仪器操作条件

检查测汞仪与汞发生瓶衔接部位是否漏气,按说明书的要求调整好测汞仪。

6.2 样品处理

6.2.1 尿样振摇均匀后,取 2.5 mL 加至大型气泡吸收管中。

6.2.2 加 2 mL 高锰酸钾溶液,加 1 mL 硫酸混匀,放置 5 min,放于 45~50℃ 水浴或恒温箱中保温 2 h;取出,振摇下滴加盐酸羟胺溶液至褪色,敞口放置 20 min。

6.3 标准曲线的绘制

6.3.1 取 4 只大型气泡吸收管,按下表配制标准管。

汞标准管的配制

管 号	0	1	2	3
汞标准应用液(4.9),mL	0	0.5	1.0	1.5
水,mL	2.5	2.0	1.5	1.0
汞含量,μg	0	1.0	2.0	3.0

6.3.2 按 6.2.2 条操作。

6.3.3 将各管依次连接到测汞仪上,用滴管迅速加入 1 mL 酸性氯化亚锡溶液(4.6),立即连通抽气路,读取最大吸光度,待指针回零后,再进行下管样品测定。以各管中汞含量为横坐标,测得的吸光度减去空白值为纵坐标,绘制标准曲线。

6.4 测定

将按 6.2.2 条处理好的尿样按 6.3.3 条测定,读出的吸光度减去空白值由标准曲线查得样品管中汞的含量。在测定前后以及每测 10 个样品后,测定一次质控样。如遇到尿样中汞含量高,吸光度超出线性范围时,可重测一份尿样,在过剩高锰酸钾被羟胺还原后,加水稀释到 10 mL,取出一部分进行测定。最后乘以稀释倍数。

7 计算

7.1 按式(1)计算尿样换算成标准比重(1.020)下浓度的校正系数 k 。

$$k = \frac{1.020 - 1.000}{\text{实测比重} - 1.000} \dots\dots\dots(1)$$

7.2 按式(2)计算尿中汞的浓度。

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

式中: X ——尿中汞的浓度,mg/L;
 m ——样品管中的含量,μg;
 V ——分析时所取尿样体积,mL。

8 说明

- 8.1 本法的检测限为 0.000 8 mg/L。测定范围 0.002~0.3 μg 。变异系数为 2.7%~5.1% (尿汞浓度 0.02~0.180 mg/L, $n=6$)。
- 8.2 接触者尿样采集时间不限。采尿样时要脱离现场环境,换下工作服,洗手以免污染。
- 8.3 为使气路处于还原气氛,可于反应瓶内加入 2 mL 酸性氯化亚锡溶液和适量水,抽气 5 min,以净化气路系统。
- 8.4 气体干燥用的氯化钙,粒度要均匀,变湿后应及时更换。
- 8.5 当尿样耗尽高锰酸钾时,须及时补加以维持氧化状态,或取较少量尿样进行测定。
- 8.6 收集尿样前三天受检者不得服用维生素 U,否则对测定有负干扰。
- 8.7 苯、丙酮等有机溶剂对 253.7 nm 紫外光有吸收,干扰测定。
- 8.8 标准曲线需每月检查其可靠性。

附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由北京市劳动卫生职业病防治研究所及中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责起草。

本标准主要起草人赵达维、钱引林。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。