

中华人民共和国卫生行业标准

尿中铬的分光光度测定方法

WS/T 36—1996

Urine—Determination of chromium— Spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了尿中铬的分光光度测定方法。

本法最低检测浓度为 0.008 mg/L。

本标准适用于接触铬及铬盐工人尿中铬浓度的测定。

2 原理

尿样经酸消化后,在酸性条件下,用高锰酸钾将三价铬氧化为六价铬,六价铬与二苯碳酰二肼生成紫红色铬合物,在波长 540 nm 处比色定量。

3 仪器

3.1 分光光度计,30 mm 比色杯。

3.2 具塞磨口比色管,50 mL。

3.3 锥形瓶,200 mL。

3.4 电热板。

3.5 聚乙烯塑料瓶。

3.6 尿比重计。

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:蒸馏水或同等纯度的去离子水。

4.2 硫酸, $\rho_{20}=1.84$ g/mL。

4.3 高氯酸, $\rho_{20}=1.67$ g/mL。

4.4 磷酸, $\rho_{20}=1.68$ g/mL。

4.5 氨水, $\rho_{20}=0.90$ g/mL。

4.6 1+3 硫酸溶液。

4.7 高锰酸钾溶液,30 g/L。

4.8 叠氮化钠溶液,5 g/L。

4.9 甲基橙溶液,1 g/L。

4.10 二苯碳酰二肼溶液,0.4 g/L:称取 0.1 g 二苯碳酰二肼溶于 50 mL95%(V/V)乙醇中,再加入 200 mL 1+9 硫酸,摇匀。贮存于棕色瓶中,于冰箱保存,可使用一个月。

4.11 铬标准溶液:称取 120℃干燥至恒重的基准重铬酸钾($K_2Cr_2O_7$)0.1415 g,用水溶解,移入容量瓶

中稀释到 500 mL。此溶液 1 mL=0.1 mg 铬。使用时逐级稀释成 1 mL=10.0 μg 铬标准应用液。

4.12 质控样:用标准尿样、加标的模拟尿、加标的正常人混合尿或接触者混合尿作质控样。

5 采样、运输和保存

用聚乙烯广口瓶收集接触者尿样 150 mL 以上,常温下带回实验室(夏季运输时,最好冷藏),测比重后于 4℃可保存一周。

6 分析步骤

6.1 样品处理

6.1.1 取 50 mL 比重为 1.010~1.030 尿样,置于锥形瓶中,同时取 50 mL 水(4.1)做试剂空白,加 5 mL 硫酸(4.2),于电热板上消化至刚炭化时取下,冷却,加 2 mL 高氯酸(4.3)。

6.1.2 继续消化至液体剩下 1 mL 左右。取下冷却后加 30 mL 水(4.1)及 1 滴甲基橙(4.9),用氨水(4.5)调至黄色,再用 1+3 硫酸调到刚变红色。加 0.15 mL 磷酸(4.4),1 滴高锰酸钾溶液(4.7),于电炉上煮沸约 10 min。溶液应保持淡紫色,如溶液呈棕色可补加高锰酸钾溶液(4.7),趁沸滴加叠氮化钠溶液(4.8)使溶液无色透明,再煮沸 2 min。冷却后移入 50 mL 比色管中,加水(4.1)至刻度。

6.2 标准曲线的绘制

6.2.1 取 6 只 200 mL 锥形瓶按下表配制标准管。

铬标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
标准应用液(4.11),mL	0	0.1	0.3	0.5	0.7	1.0
水,mL	50	50	50	50	50	50
硫酸(4.2),mL	5	5	5	5	5	5
铬的含量,μg	0	1	3	5	7	10

6.2.2 各锥形瓶放在电热板上消化至液体剩下约 10 mL,取下,冷却,加 2 mL 高氯酸(4.3)。然后按 6.1.2 条继续操作。

6.2.3 加 1 mL 二苯碳酰二肼溶液(4.10),混匀。20 min 后在 540 nm 处,用 30 mm 比色杯,以零管作参比,测量吸光度。

6.2.4 以铬含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

6.3 样品测定

取 6.1.2 条制备的稀释至 50 mL 的样品溶液,按 6.2.3 条操作,测量吸光度,在标准曲线上查出样品溶液中铬含量。在测定前后以及每测定 10 个样品后,测定一次质控样。

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*。

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

7.2 按式(2)计算尿中铬的浓度。

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

式中: *X*——尿中铬的浓度,mg/L;
m——由标准曲线上查出的铬含量,μg;
V——分析时所取尿样体积,mL。

8 说明

- 8.1 本法的检测限,取 50 mL 尿样时为 0.008 mg/L;测定范围:0.008~0.200 mg/L;精密度:CV=4.6%~8.2%(尿铬浓度 0.022~0.140 mg/L, $n=6$)。准确度:尿样加标回收率=92.0%~95.6%。
- 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,以防铬尘污染。
- 8.3 铬与二苯碳酰二肼显色时,硫酸浓度应控制在 0.05~0.30 mol/L。酸度低,显色慢,高于 0.30 mol/L 也会使显色减弱。本方法在最后的 50 mL 测定溶液中酸度为 0.20 mol/L。在上述操作条件下 15 min 显色完全,颜色在 90 min 内保持稳定。

附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由山东省劳动卫生职业防治研究所负责起草。

本标准主要起草人赵兰英。

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。