

尿硒的氢化物发生—原子吸收光谱法 WS / T 47-1996

1 原理 尿样经酸消解后，在酸性介质中，用硼氢化钠将硒还原成硒化氢，由载气将生成的硒化氢送入加热的石英原子化器内，硒化氢离解成游离基态原子，测量硒原子吸收强度而定量。

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 控温砂浴。

2.5 高型烧杯，50ml。

2.6 表面皿，直径50mm。

2.7 刻度试管，10ml和25ml。

2.8 水浴锅。

2.9 氢化物发生装置。仪器操作条件：

取样体积5.0ml，盐酸浓度10% (V/V)，载气(氩)流速200ml/min。

2.10 原子吸收分光光度计，具背景校正装置、硒空心阴极灯和石英原子化器(长约160mm，内径约10mm的石英管，用火焰燃烧器或电热器加热至1200℃左右)。

3 试剂 实验用水为去离子水。

3.1 混合消解液：按3+1+1混合硝酸(高纯)高氯酸(优级纯)和硫酸(高纯)。

3.2 盐酸(优级纯)溶液，10% (V/V)。

3.3 盐酸(优级纯)溶液，6mol/L。

3.4 硼氢化钠溶液，10g/L：称取10g硼氢化钠和1g氢氧化钠(优级纯)，溶于水中，并稀释至1000ml。

3.5 硒标准溶液：称取0.1405g二氧化硒(预先在105℃干燥2h)，溶于少量水中，加入1ml硝酸(高纯)，定量移入100ml容量瓶中，加水至刻度。此溶液1.0mg/ml硒标准贮备液。临用前，用水稀释成0.5 μg/ml硒标准溶液。

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；取约10ml尿样于具盖聚乙烯塑料管中，加入0.1ml硝酸。常温下应尽快运输。置于4℃冰箱中保存，至少可稳定2周。

5 分析步骤

5.1 样品处理：取2.0ml尿样，于高型烧杯中，加2ml混合消解液，盖上表面皿，置于200±10℃控温砂浴上加热消解，待样品冒白烟时，立即取下，放冷。用6mol/L盐酸溶液定量转移消解样品至25ml刻度试管中，并稀释至刻度。放入沸水浴中加热30分钟，还原六价硒成四价硒。取出冷却，用6mol/L盐酸溶液补充至刻度，摇匀。同时，取2.0ml水如上操作，作为空白对照。所得样品液供测定。

5.2 工作曲线的绘制：在5个烧杯中，各加入2.0ml正常人混合尿，分别加入0.0、0.20、0.40、0.60、0.80ml标准溶液，同样品处理进行酸消解并转移至5个试管中，加水至25.0ml，制备成0、50、100、150、200 μg/L硒标准系列。参照仪器操作条件，将氢化物发生装置和原子吸收分光光度计调节至最佳操作条件，在196.0nm波长下，分别将标准中溶液吸入或加入氢化物发生器的反应瓶中，进

行测定，记录峰高。各管减去第1管的峰高后，以硒的浓度($\mu\text{g/L}$)对相应的峰高绘制工作曲线。

5.3 样品测定：用测定工作曲线的条件分别测定样品和空白对照溶液，记录峰高。样品的峰高减去空白峰高后，由工作曲线得硒的浓度($\mu\text{g/L}$)。

6 计算 按下式计算尿样中硒的浓度：

$$C = c \times k$$

式中：C——尿中硒的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；c——由工作曲线得的硒浓度， $\mu\text{g/L}$ ；k——尿样换算成标准比重下的浓度校正系数。

7 说明

7.1 本法的最低检测浓度为 $0.7\mu\text{g/L}$ (按取2ml尿样计)；相对标准偏差为 $1.9\% \sim 6.3\%$ (尿硒浓度为 $37.9 \sim 300\mu\text{g/L}$ ， $n=6$)；加标回收率为 $90\% \sim 108\%$ (尿硒本底浓度为 $38.8 \sim 45.0\mu\text{g/L}$ ，加标浓度为 $100\mu\text{g/L}$ ， $n=5$)。

7.2 酸消解的温度和时间以及掌握好消解终点是十分重要的。要待砂浴温度到达 $200^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ 后，开始消解，待开始冒烟，就停止消解，可以保证消解回收率。

7.3 防止污染是保证测定准确度的重要一环。也要注意使用低空白的试剂，尤其是硫酸。

7.4 尿中 1mg/L 钴、镍， 2mg/L 铁和 3mg/L 铜不干扰测定。砷对硒的测定有一定程度的干扰，干扰大小与砷的绝对量有关。可以通过稀释样品来减少砷的干扰。

7.5 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。