

T/GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 767—2024

尿液中汞的测定 氢化物发生原子荧光法

Determination of mercury in urine by hydride generation atomic
fluorescence spectrometry

2024 - 07 - 10 发布

2024 - 07 - 16 实施

广西标准化协会 发布

前 言

本文件参照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广西壮族自治区职业病防治研究院提出并宣贯。

本文件由广西标准化协会归口。

本文件起草单位：广西壮族自治区职业病防治研究院、南宁市疾病预防控制中心、贵港市疾病预防控制中心、广西壮族自治区分析测试研究中心、广电计量检测（南宁）有限公司。

本文件主要起草人：肖梅、朱定姬、李燕、覃利梅、唐琼、李凤标、范云燕、眭世闰、何宗剑、宁攀良、陈桂鸾、肖艳、周武旺、朱杰、卿郅聪。

尿液中汞的测定 氢化物发生原子荧光法

1 范围

本文件描述了尿液中汞的氢化物发生原子荧光测定方法。

本文件适用于职业接触人员及怀疑汞意外接触人员尿液中汞浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GBZ/T 295 职业人群生物监测方法 总则

WS/T 97 尿中肌酐分光光度测定方法

WS/T 98 尿中肌酐的反相高效液相色谱测定方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

尿样经硫酸、高锰酸钾消解后，在酸性介质中，尿样中汞被硼氢化钾还原成原子态汞，由载气（氩气）带入原子化器中，在汞空心阴极灯照射下，基态汞原子被激发至高能态，再由高能态回到基态时，发射出特征波长的荧光，其荧光强度与汞含量成正比，外标法定量。

5 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯及以上，实验用水应符合 GB/T 6682 中一级水的要求。

5.1 试剂

5.1.1 盐酸羟胺（ NH_2OHC_1 ）。

5.1.2 高锰酸钾（ KMnO_4 ）。

5.1.3 氢氧化钠（ NaOH ）。

5.1.4 硼氢化钾（ KBH_4 ）。

5.1.5 重铬酸钾（ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ）。

5.1.6 硝酸（ HNO_3 ）。

5.1.7 盐酸（ HCl ）。

5.1.8 硫酸（ H_2SO_4 ）。

5.1.9 氩气（纯度不低于 99.99%）。

5.2 试剂配制

5.2.1 盐酸羟胺溶液（100 g/L）：称取 10.0 g 盐酸羟胺（5.1.1），用水溶解并稀释至 100 mL，混匀。

5.2.2 高锰酸钾溶液（50 g/L）：称取 50.0 g 高锰酸钾（5.1.2），用水溶解并稀释至 1000 mL，混匀，溶液贮存于棕色试剂瓶中，于暗处静置 24 h。

5.2.3 氢氧化钠溶液（5 g/L）：称取 5.0 g 氢氧化钠（5.1.3），用水溶解并稀释至 1 000 mL，混匀。

5.2.4 硼氢化钾溶液 (1 g/L)：称取 0.5 g 硼氢化钾 (5.1.4)，用氢氧化钠溶液 (5.2.3) 溶解并稀释至 500 mL，混匀。临用现配。

5.2.5 重铬酸钾的硝酸溶液 (0.1 g/L)：称取 0.1 g 重铬酸钾 (5.1.5)，用硝酸溶液 (5+95) 溶解并稀释至 1000 mL，混匀。

5.2.6 硝酸溶液 (5+95)：量取 50 mL 硝酸 (5.1.6)，缓缓加入 950 mL 水中，混匀。

5.2.7 盐酸溶液 (5+95)：量取 50 mL 盐酸 (5.1.7)，缓缓加入 950 mL 水中，混匀。

5.3 标准品

汞标准溶液：1 000 $\mu\text{g/mL}$ ，国家认可或有证标准物质。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 标准储备液 (100.0 $\mu\text{g/mL}$)：准确吸取汞标准溶液 (1 000 $\mu\text{g/mL}$) 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，用重铬酸钾的硝酸溶液 (5.2.5) 稀释并定容至刻度，混匀。于 2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中避光保存。

5.4.2 标准应用液 (1.0 $\mu\text{g/mL}$)：准确吸取汞标准储备液 (5.4.1) 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，用重铬酸钾的硝酸溶液 (5.2.5) 稀释并定容至刻度，混匀。临用现配。

6 仪器设备

6.1 原子荧光光谱仪：配汞空心阴极灯和氢化物发生装置。

6.2 电子天平：感量为 1 mg、10 mg。

6.3 具塞比色管：10 mL。

6.4 容量瓶：100 mL。

7 样品采集与保存

尿样采集与保存按照 GBZ/T 295 执行。

8 分析步骤

8.1 样品预处理

将尿样从冰箱中取出，放置至室温后，充分摇匀。吸取 1.0 mL 的尿样于 10 mL 具塞比色管中，加高锰酸钾溶液 (5.2.2) 1.0 mL，硫酸 (5.1.8) 0.50 mL，混匀，放置至室温，加盐酸羟胺溶液 (5.2.1) 0.25 mL，振摇至无色，放置 20 min，加水定容至 10 mL，混匀，待测。

8.2 试样空白

取 1.0 mL 水代替尿样，按 8.1 的要求处理。

8.3 标准曲线绘制

分别吸取汞标准应用液 (5.4.2) 0 μL 、20 μL 、40 μL 、60 μL 、80 μL 、100 μL 于 10 mL 具塞比色管中，加水至 1.0 mL，加高锰酸钾溶液 (5.2.2) 1.0 mL，硫酸 (5.1.8) 0.5 mL，混匀，放置室温，加盐酸羟胺溶液 (5.2.1) 0.25 mL，振摇至无色，放置 20 min，加水定容至 10 mL，混匀，相当于汞浓度为 0.0 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、4.0 $\mu\text{g/L}$ 、6.0 $\mu\text{g/L}$ 、8.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 。以汞的质量浓度为横坐标，荧光强度为纵坐标，绘制标准曲线。求回归方程和相关系数。

8.4 样品测定

8.4.1 仪器参考条件

根据仪器性能调至最佳状态。光电倍增管负高压：220V；灯电流：18mA；原子化器温度：200 $^{\circ}\text{C}$ ；载气流量：400 mL/min；原子化器高度：8mm；屏蔽气流量：800 mL/min。以盐酸溶液 (5.2.7) 为载流，硼氢化钾溶液 (5.2.4) 为还原剂，以氩气 (5.1.9) 为载气。

8.4.2 样品测定

按标准曲线绘制的仪器条件测定试样空白和样品溶液。

9 结果计算及表述

9.1 按式（1）计算尿液中汞浓度。

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_1}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X —— 尿液中汞的浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；
- ρ —— 尿样溶液中汞的浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；
- ρ_0 —— 试样空白中汞的浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；
- V_1 —— 尿样消解液定容总体积，单位为毫升（ mL ）；
- V —— 尿液的取样量，单位为毫升（ mL ）。

当尿液中汞的浓度 $\geq 1.00 \mu\text{g/L}$ 时，计算结果保留三位有效数字；当尿液中汞的浓度 $< 1.00 \mu\text{g/L}$ 时，计算结果保留两位有效数字。

9.2 肌酐测定：肌酐的测定方法采用 WS/T 97 或 WS/T 98 检测肌酐。

9.3 尿液中汞的校正浓度：按式（2）计算尿液中汞的校正浓度。

$$K = \frac{X}{C_r} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- K —— 肌酐校正后尿液中汞的浓度，单位为微克每克肌酐（ $\mu\text{g/g}$ 肌酐）；
- X —— 尿液中汞的浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；
- C_r —— 尿液中肌酐的浓度，单位为克每升（ g/L ）。

当肌酐校正后尿液中汞的浓度 $\geq 1.00 \mu\text{g/g}$ 时，计算结果保留三位有效数字；当肌酐校正后尿液中汞的浓度 $< 1.00 \mu\text{g/g}$ 时，计算结果保留两位有效数字。

10 其他

本方法的检出限为 $0.13 \mu\text{g/L}$ ，方法定量下限为 $0.45 \mu\text{g/L}$ ，测定范围为 $0.0 \mu\text{g/L} \sim 100.0 \mu\text{g/L}$ ，精密度为 $0.9\% \sim 4.5\%$ ；尿样加标回收率为 $93.9\% \sim 103.7\%$ （ $n=6$ ）。

中华人民共和国团体标准
尿液中汞的测定 氢化物发生原子荧光法
T/GXAS 767—2024
广西标准化协会统一印制
版权专有 侵权必究