

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 109—1999

血清中硒的氢化物发生-原子 吸收光谱测定方法

Serum—Determination of selenium—Hydride
generation atomic absorption spectrometric method

1999-01-21 发布

1999-07-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

WS/T 109—1999

前 言

本标准适用于检测职业接触人群血清中硒的浓度。本标准是参考了国内外的监测方法,结合我国情况经过实验室研究和现场验证后提出的。

本标准从1999年7月1日起实施。

本标准由卫生部卫生法制与监督司提出。

本标准起草单位:河南省新乡市职业病防治研究所、天津市劳动卫生职业病研究所。

本标准主要起草人:郝大情、张一敏、谢国红、田国均、刘黛莉。

本标准由卫生部委托中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。

中华人民共和国卫生行业标准

血清中硒的氢化物发生-原子吸收光谱测定方法

WS/T 109—1999

Serum—Determination of selenium—Hydride generation atomic absorption spectrometric method

1 范围

本标准规定了氢化物发生-原子吸收光谱法测定血清中硒浓度的方法。
本标准适用于正常人和接触硒的作业人员血清中硒浓度的测定。

2 原理

血清经硝酸-高氯酸消解后,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导入加热的石英原子吸收管中原子化,根据硒的基态原子对其特征谱线的吸收程度而定量。

3 仪器

- 3.1 玻璃和塑料器皿均用 20%(V/V)硝酸溶液浸泡过夜,用蒸馏水、去离子水分别冲洗干净,避尘晾干备用。
- 3.2 具塞塑料管:2 mL。
- 3.3 离心机:4 000 r/min。
- 3.4 称量瓶: $\phi 25$ mm \times 40 mm。
- 3.5 具塞比色管:10 mL。
- 3.6 电热板:0.6~1.8 kW。
- 3.7 VA-90 氢化物发生装置。
- 3.8 硒空心阴极灯。
- 3.9 原子吸收分光光度计;仪器操作条件见表 1。

表 1 仪器操作条件

项 目	条 件	项 目	条 件
波 长	196.0 nm	空气流量	8.0 L/min
狭 缝	0.3 nm	乙炔流量	1.9 L/min
灯电流	8 mA	燃烧器高度	18 mm
氫气流量	0.8 L/min	测量方式	峰高

4 试剂

实验用水为去离子水。

- 4.1 硝酸: $\rho_{20}=1.42$ g/mL,优级纯。
- 4.2 高氯酸: $\rho_{20}=1.67$ g/mL,优级纯。

- 4.3 盐酸： $\rho_{20}=1.19$ g/mL，优级纯。
- 4.4 硝酸溶液：3% (V/V)。
- 4.5 乙醇溶液：75% (V/V)。
- 4.6 盐酸溶液：6% (V/V)。
- 4.7 混合消解液：硝酸-高氯酸，1+1。
- 4.8 硼氢化钠碱性溶液 (6 g/L)：称取 0.6 g 硼氢化钠 (优级纯) 和 0.5 g 氢氧化钠 (分析纯)，用水溶解并稀释至 100 mL。
- 4.9 空白血样：取小牛血清或若干个正常人混合血清充分混匀待用。
- 4.10 硒标准溶液：标准值为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。临用前用盐酸溶液稀释成 0, 40.0, 80.0, 160.0, 240.0, 320.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的标准应用液。

5 采样、运输和保存

用硝酸溶液和乙醇溶液依次清洗皮肤后，抽取静脉血 2 mL 于具塞塑料管中。放置 1 h 后，于 2 000 r/min 离心 10 min；小心取出全部血清，并置于具塞塑料管中；于 4℃ 条件下至少可以保存五周。

6 分析步骤

6.1 样品处理

将血清充分混匀后，取 0.5 mL 于小称量瓶中，加 1 mL 混合消解液轻轻混匀；将称量瓶倾斜加盖置于 180℃ \pm 10℃ 电热板上加热消解，待消解样为无色透明且冒白烟时立即取下放冷。用 1 mL 去离子水小心冲洗瓶盖于称量瓶中，再加 0.6 mL 浓盐酸，充分混匀后，敞口于电热板上继续加热 10 min，将六价硒还原为四价硒，取下放冷。将残液转移至具塞比色管中，用加温的水少量多次洗涤称量瓶，洗涤液并入比色管中，而后用水定容至刻度，混匀供测定。同时取 0.5 mL 水如上操作制备试剂空白。

6.2 标准曲线的绘制

取 6 个具塞比色管，按表 2 配制标准管。

表 2 硒标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
不同浓度的硒标准应用液, mL	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
空白血样, mL	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
硒的浓度, $\mu\text{g}/\text{L}$	0	40.0	80.0	160.0	240.0	320.0

将仪器调节到最佳状态，分别将 4.0 mL 标准系列溶液加入氢化物发生器的反应瓶中，盖上瓶塞，通载气几秒钟赶走反应瓶中的空气后停气。定量注入 2.0 mL 硼氢化钠碱性溶液，滞留 2 s 通气，依次测定各管的吸光度，每个浓度测定 3 次，将标准管的吸光度减去空白血样的吸光度，求平均值，以吸光度均值为纵坐标，硒的浓度 ($\mu\text{g}/\text{L}$) 为横坐标，绘制标准曲线。

6.3 测定

在标准曲线测定的同样条件下，测定样品和试剂空白的吸光度，以测得的样品的吸光度减去试剂空白的吸光度后，由标准曲线上查得血清硒的浓度。

7 说明

7.1 本法的最低检出浓度为 1.55 $\mu\text{g}/\text{L}$ ；特征浓度为 2.93 $\mu\text{g}/\text{L}$ ；线性范围为 0~320.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ ；相对标准偏差为 3.3%~5.4% (血清硒浓度为 60.0~200.0 $\mu\text{g}/\text{L}$, $n=6$)；加标回收率为 99.2%~103.4% (血清硒本底浓度为 52.65~129.53 $\mu\text{g}/\text{L}$, 加标浓度为 40.0~160.0 $\mu\text{g}/\text{L}$, $n=6$)；用本法测定 GB W09 131 牛血清标准物质中硒的浓度，相对偏差为 -3.4%。

7.2 使用不同型号的氢化物发生装置和原子吸收分光光度计时,可参考本法所选择的仪器操作参数,要在仪器最佳状态下进行测定。

7.3 在血清的消解过程中,将六价硒还原为四价硒时,加入浓盐酸的量要满足测定的要求,样品溶液最终的盐酸浓度约为6%(V/V)。

7.4 血清用硝酸-高氯酸在 $180^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$ 消解时,注意观察消解终点,样品消解完全的程度以白烟与透明液面脱离为佳。为了防止在消解过程中硒的挥发损失,切忌将样品蒸干。

7.5 根据氢化物发生原子吸收光谱法的要求,在血清的测定过程中必须采用基体匹配的标准曲线,样品和标准的处理过程要保持一致,以减少误差。

7.6 新鲜血清于 4°C 条件下至少可保存五周。

7.7 当血清硒浓度为 $113.2\ \mu\text{g}/\text{L}$ 时, $0.028\ \text{mg}/\text{L}\ \text{Ni}^{2+}$ 、 $16.0\ \text{mg}/\text{L}\ \text{Fe}^{3+}$ 、 $0.1\ \text{mg}/\text{L}\ \text{As}^{3+}$ 及 $4.5\ \text{mg}/\text{L}\ \text{Cu}^{2+}$ 等金属离子对测定均不产生干扰。

中华人民共和国卫生
行业标准
血清中硒的氢化物发生-原子
吸收光谱测定方法
WS/T 109—1999

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 千字
1999年6月第一版 1999年6月第一次印刷
印数 1—800

*

*

标 目 374—61