

尿中钒的催化极谱法

WS / T 35-1996

1 **原理** 尿样经硝酸和过氧化氢消化后,使钒和辛可宁与铜铁试剂形成灵敏的催化波,用示波极谱测定钒的浓度。

2 仪器

2.1 具盖聚乙烯塑料瓶,500ml。

2.2 尿比重计。

2.3 锥形瓶,50ml。

2.4 容量瓶,10ml。

2.5 示波极谱仪,具三电极系统(滴汞电极、甘汞电极和铂电极)。仪器操作条件:

起始电位-0.6V,测定电位-0.83V(SCE),测定方式导数。

3 **试剂** 实验用水为去离子水。

3.1 硝酸,优级纯。

3.2 过氧化氢,30%(V/V)。

3.3 缓冲溶液,1.5mol/L乙酸钠-2mol/L乙酸缓冲液,9+1。

3.4 辛可宁溶液,0.2g/L:用10%(V/V)乙醇溶液配制。

3.5 铜铁试剂溶液,10g/L,临用现配。

3.6 氟化铵溶液,1g/L。

3.7 钒标准溶液:准确称取0.2294g偏钒酸铵(NH_4VO_3 ,预先在105℃干燥两小时);用少量浓硫酸(优级纯)溶解,定量转移入100ml容量瓶中,用水稀释至刻度,此溶液为1.0mg/ml钒标准贮备液。临用前,用水稀释成0.5 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 钒标准溶液。

4 **样品的采集、运输和保存** 用具盖聚乙烯塑料瓶收集100ml一次尿,测量比重后,按10+1的比例加入硝酸(优级纯),充分混合。室温下运输。置于4℃下至少可保存2周。

5 分析步骤

5.1 样品处理:将尿样从冰箱中取出,放至实验室温度。充分振荡混合后,取10ml置于50ml锥形瓶中,在电热板上(约100℃)浓缩尿样至大约0.5ml。加入3ml硝酸(优级纯),在110℃下消化浓缩至约0.5ml,加入2ml水,在110℃~120℃下消化至干。残渣应为白色,否则应补加水继续消化。用2ml水和5ml缓冲液,分几次将残渣溶解并移入10ml容量瓶中。依次加入0.5ml辛可宁溶液,0.6ml铜铁试剂溶液和1ml氟化铵溶液,用水稀释至10ml,供测定。同时取10.0ml正常人混合尿样,同样操作,作为空白试验。

5.2 标准曲线的绘制:取5支10ml容量瓶,分别加入0、0.10、0.30、0.50、1.00ml标准溶液,加水至2.0ml,制备成0、0.050、0.15、0.30、0.50 μg 钒标准系列。依次向标准管中加入5ml缓冲溶液、0.5ml辛可宁溶液、0.6ml铜铁试剂溶液和1ml氟化铵溶液,用水稀释成10ml。混匀后,依次倒入电解池中测定,参照仪器操作条件测定导数波峰高。以第2~4管的峰高值减去第1管的峰高值对相应的钒含量绘制标准曲线。

5.3 样品测定:用测定标准系列的仪器操作条件测定样品和空白对照。尿样的峰高值减去空白的峰高值后,由标准曲线得钒的含量(μg)。

6 **计算** 按式(1)计算尿中钒的浓度:

$$C = \frac{m}{0.01} \times k \quad (1)$$

式中: C——尿中钒的浓度, $\mu\text{g}/\text{L}$; m——由标准曲线得钒的含量, μg ; 0.01——分析时所取尿样的体积, L; k——尿样换算成标准比重下浓度的校正系数。

7 说明

7.1 本法的最低检测浓度为 $0.24\mu\text{g}/\text{L}$ (按取10ml尿样计); 测定范围为 $0\sim 50\mu\text{g}/\text{L}$; 相对标准偏差为 $4.4\%\sim 7.7\%$ (尿钒浓度为 $5\sim 50\mu\text{g}/\text{L}$, $n=6$); 准确度: 加标回收率为 $95.2\%\sim 105.7\%$ (尿钒浓度为 $5\sim 50\mu\text{g}/\text{L}$, $n=6$)。

7.2 样品消化必须彻底, 否则残留的有机物会使峰形改变, 峰电位漂移, 会严重影响测定。

7.3 Cd^{2+} 、 Co^{2+} 、 Cr^{6+} 、 Cu^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Mn^{2+} 、 Mo^{6+} 、 SO_4^{2-} 和 Cl^- 等不干扰测定。

7.4 本法由辽宁省劳动卫生职业病防治研究所宋力伟等同志研制。