

尿中铬的分光光度法

WS / T 36-1996

1 **原理** 尿样经硫酸—高氯酸消化后，在酸性条件下，用高锰酸钾将三价铬氧化成六价铬。六价铬与二苯碳酰二肼反应，生成紫红色络合物。在波长540nm处比色定量。

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，200ml。

2.4 电热板。

2.5 具塞比色管，50ml。

2.6 分光光度计，30mm比色杯。

3 **试剂** 实验用水为去离子水。

3.1 硫酸。

3.2 高氯酸。

3.3 磷酸。

3.4 氨水。

3.5 硫酸溶液，1+3(V/V)。

3.6 高锰酸钾溶液，30g / L。

3.7 叠氮化钠溶液，5g / L。

3.8 甲基橙溶液，1g / L。

3.9 二苯碳酰二肼溶液：称取0.1g二苯碳酰二肼，溶于50ml 95% (V / V) 乙醇中，再加入200ml+9硫酸溶液，摇匀，此溶液浓度为0.4g / L。贮于棕色瓶内，于冰箱中保存，可使用1个月。

3.10 铬标准溶液：称取0.1414g基准重铬酸钾($K_2Cr_2O_7$ ，于120℃干燥至恒重)，用水溶解，定量转移入500ml容量瓶中，并稀释至刻度。此溶液为0.1mg / ml铬标准贮备液。临用前，逐级用水稀释成10 μ g/ml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铬接触者的尿样100ml以上。尽快测量比重后，常温下运输。置于4℃下可保存1周。

5 分析步骤

5.1 样品处理：取50ml尿样，置于锥形瓶中，同时取50ml水作为试剂空白；加5ml浓硫酸，于电热板上消化至发生碳化。放冷后，加2ml高氯酸，继续消化至液体剩下约1ml，放冷。

5.2 标准曲线的绘制：取7个锥形瓶，各加50ml水，分别加入0、0.05、0.1、0.3、0.5、0.7、1.0ml标准溶液，配制成0、0.5、1.0、3.0、5.0、7.0、10.0 μ g铬标准系列。各瓶加5ml浓硫酸，于电热板上加热消化至发生碳化。放冷后，加入2ml高氯酸，继续消化至液体剩下约1ml，放冷。各瓶加30ml水及1滴甲基橙溶液，用氨水调至黄色，再用1+3硫酸溶液调至刚变红色。加0.15ml磷酸和1滴高锰酸钾溶液，于电炉上煮沸约10min，溶液应保持淡紫色，如溶液呈棕色，可补加高锰酸钾溶液。趁热滴加叠氮化钠溶液使溶液无色透明，再煮沸2min。冷却后，移入比色管中，加水至50ml。向溶液中加入2ml二苯碳酰二肼溶液，混匀。20min后，在540nm波长处，用30mm比色杯，以第1管作参比，测定吸光度。以铬含量(μ g)为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

5.3 样品测定：用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和试剂空白溶液；测

得的样品吸光度值减去试剂空白吸光度值后，由标准曲线得铬的含量(μg)。

6 计算 按下式计算尿中铬的浓度：

$$C = \frac{m}{V} \times k$$

式中：C—尿中铬的浓度，mg/L；m—由标准曲线查得的铬含量，μg；V—分析时取尿样的体积，ml；k—尿样换算成标准比重(1.020)下的浓度校正系数。

7 说明

7.1 本法的最低检测浓度为0.008mg/L(按取50ml尿样计)；相对标准偏差为4.6%~8.2%(尿铬浓度为22、65、140μg/L, n=6)；尿样加标回收率为92.0%~95.6%(尿本底铬含量为1.60μg, 加标量为0.5~8.0g, n=6)。

7.2 铬与二苯碳酰二肼反应时，硫酸浓度应控制在0.05~0.30mol/L。酸度低显色慢，高于0.30mol/L也会使显色减弱。本法在最后的50ml测定溶液中硫酸浓度为0.20mol/L。在此条件下15min显色完全，颜色可稳定90min。

7.3 Fe²⁺、Hg²⁺、V⁵⁺、Mo⁶⁺、pb²⁺离子对测定有干扰，但20μg Cu²⁺，Pb²⁺，Hg²⁺和40μg Fe²⁺对测定影响不大。尿中V和Mo的量极微，可忽略不计。

7.4 本法由山东省劳动卫生职业病防治研究所赵兰英同志研制。