

尿中镍的石墨炉原子吸收光谱法

WS / T 44-1996

1 **原理** 尿样用盐酸酸化后, 直接注入石墨管中, 通过干燥灰化除掉大部分尿基体成分。记录原子化时基态镍原子吸收232.0nm特征谱线的强度, 同时以背景校正器扣除背景吸收。以标准曲线法或标准加入法定量。

2 仪器

- 2.1 具盖聚乙烯塑料瓶, 500ml。
- 2.2 具塞刻度试管, 5ml。
- 2.3 微量移液管, 20 μ g, 100 μ l。
- 2.4 容量瓶, 100ml。
- 2.5 原子吸收分光光度计, 具石墨炉、背景校正装置和镍空心阴极灯。仪器操作条件: 干燥100 $^{\circ}$ C, 斜坡15s, 保持20s, 130 $^{\circ}$ C, 斜坡10s, 保持20s; 灰化1200 $^{\circ}$ C, 斜坡15s, 保持60s; 原子化, 2700 $^{\circ}$ C, 4s, 停气; 清除2800 $^{\circ}$ C, 3s。

3 试剂 实验用水为去离子水。

- 3.1 盐酸, 优级纯。
- 3.2 盐酸溶液, 7.5 mol / L。
- 3.3 盐酸溶液, 0.6+ 100。
- 3.4 镍标准溶液: 称取0.1273g氧化镍(NiO, 纯度大于99.998%), 加1ml浓盐酸, 加热溶解后, 定量移入100ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 此溶液为1.0mg/ml镍标准贮备液。临用前, 用水稀释成5 μ g/ml镍标准溶液。

4 **样品的采集、运输和保存** 用具盖聚乙烯塑料瓶收集一次晨尿, 尽快测量比重。每100ml尿加入1ml的7.5 mol / L盐酸溶液, 混匀。在常温下运输。置于4 $^{\circ}$ C冰箱中可保存2周。

5 分析步骤

5.1 样品处理: 将尿样由冰箱中取出, 恢复至实验室温度, 彻底摇匀, 供测定。

5.2 标准曲线的绘制: 取4支具塞刻度试管, 分别加入0、0.01、0.02、0.03ml标准溶液, 加水至0.10ml, 再加1.0ml正常人混合尿样, 配制成0、50、100、150 μ g / L镍标准系列。参照仪器操作条件, 将原子吸收分光光度计调至最佳测定状态。测量各管的吸光度。从第2~4号管的吸光度减去第1管的吸光度。以镍浓度(μ g/L)与相应吸光度绘制标准曲线。

5.3 样品测定

5.3.1 标准曲线法: 取1.0ml尿样, 加0.1ml水, 混匀。以0.6+100盐酸溶液为空白, 按测定镍标准系列的条件进行测定。尿样的吸光度减去空白的吸光度, 由标准曲线得镍的浓度(μ g / L)。

5.3.2 标准加入法: 取两份尿样, 每份1.0ml。一份加入一定量的标准溶液(加入镍产生的吸光度应接近尿样本身的吸光度), 另一份加入同体积水。以0.6+100盐酸溶液为空白, 按测定镍标准系列的条件进行测定。由两样品的吸光度减去空白的吸光度。按式(2)计算镍的浓度。

6 计算

6.1 标准曲线法: 按式(1)计算尿样中镍的浓度:

$$C=c \times k \quad (1)$$

式中: C——尿样中镍的浓度, μ g/L; c——由标准曲线得的镍浓度, μ g/L; k——尿样换算成标准比重下的浓度校正系数。

6.2 标准加入法：按式(2)计算尿样中镍的浓度：

$$C = \frac{A_x}{A_0 - A_x} \times c \times k \quad (2)$$

式中：C——尿样中镍的浓度， $\mu\text{g/L}$ ； A_x ——扣除空白的尿样加水的吸光度； A_0 ——扣除空白的尿样加标的吸光度； c ——由标准曲线得的镍浓度， $\mu\text{g/L}$ ； 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 $1.4\mu\text{g/L}$ (按取 1ml 尿样计)；测定范围为 $0\sim 200\mu\text{g/L}$ ；相对标准偏差为 $1.0\%\sim 8.0\%$ (尿镍浓度为 $32.9\sim 146.5\mu\text{g/L}$, $n=6$)；尿样加标回收率为 $98.5\%\sim 115.3\%$ (尿镍浓度为 $12.9\sim 56.5\mu\text{g/L}$, $n=6$)。

7.2 市场销售的各种规格的盐酸常含相当量的镍，使用前应按样品测定条件检查，必要时蒸馏后再用。

7.3 使用此法时，应根据所用仪器的性能选择最佳石墨炉操作程序，务必使灰化温度尽可能大，以除掉绝大部分尿的基体成份，而镍又不损失。

7.4 $25\mu\text{g/L Mn}^{2+}$ ， $50\mu\text{g/L Cr}^{6+}$ 、 V^{5+} 、 Mo^{6+} ， $1\mu\text{g/L Ti}^{4+}$ 、 Co^{2+} ， 2mg/L Cu^{2+} 不干扰测定。

7.5 本法由辽宁省劳动卫生职业病防治研究所姜晓文等同志研制。