

# 中华人民共和国卫生行业标准

## 尿中镍的石墨炉原子吸收光谱测定方法

WS/T 44—1996

Urine—Determination of nickel—Graphite  
furnace atomic absorption spectrometric method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了尿中镍的石墨炉原子吸收光谱测定方法。

本法最低检测浓度为  $1.4\mu\text{g/L}$ 。

本标准适用于接触镍的工人尿中镍的测定。

### 2 原理

尿样经盐酸酸化后,直接注入石墨炉中,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  $232.0\text{nm}$  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。

### 3 仪器

3.1 原子吸收分光光度计,具石墨炉和背景校正装置。

3.2 热解石墨管。

3.3 镍空心阴极灯。

3.4 具塞刻度试管,  $5\text{mL}$ 。

3.5 微量移液管,  $20\mu\text{L}$ ,  $100\mu\text{L}$ 。

3.6 容量瓶,  $100\text{mL}$ 。

3.7 聚乙烯塑料瓶,  $500\text{mL}$ 。

3.8 尿比重计。

3.9 玻璃和塑料器皿均用  $10\%(V/V)$  硝酸浸泡过液,用去离子水冲洗干净,晾干后避尘保存。

### 4 试剂

4.1 实验用水:为去离子水或经全玻璃蒸馏器重蒸馏的水。

4.2 盐酸,  $\rho_{20}=1.19\text{g/mL}$ , 优级纯。

4.3 盐酸溶液,  $7.5\text{mol/L}$ 。

4.4 盐酸溶液,  $0.6+100(V+V)$ 。

4.5 氧化镍(NiO), 纯度大于  $99.998\%$ 。

4.6 镍标准溶液:准确称取  $0.1273\text{g}$  氧化镍,加  $1\text{mL}$  盐酸(4.2),加热溶解后,移入  $100\text{mL}$  容量瓶中,用水稀释至刻度,此溶液  $1\text{mL}=1\text{mgNi}$ 。临用前用水稀释成  $1\text{mL}=5\mu\text{gNi}$  的标准应用液。

4.7 质控样:用标准尿样、接触者混合尿样或加标的正常人混合尿样、加标的模拟尿作为质控样。

5 采样、运输和保存

用聚乙烯瓶收集一次晨尿,尽快测定比重,每 100mL 尿加入 1mL 盐酸溶液(4.3),混匀。在常温下运输。于 4℃ 冰箱中可保存两周。

6 分析步骤

6.1 仪器操作条件

参照下列条件,将原子吸收分光光度计调至最佳测定状态。

波 长	232.0nm	干 燥	15~17A	60s(阶梯)
狭 缝	0.2nm	灰 化	80A	40s(阶梯)
灯电流	15mA	原子化	230A	6s(阶梯)
进样量	20μL	清 洗	300A	
氩 气	1L/min(原子化停气)	背景校正	氙灯或其他	

6.2 样品处理

将尿样恢复至室温,彻底摇匀,以下按 6.4 条操作。

6.3 标准曲线的绘制

取 4 支具塞刻度试管,按下表配制标准管。

镍标准管的配制

管 号	0	1	2	3
标准应用液, mL	0	0.01	0.02	0.03
水, mL	0.1	0.09	0.08	0.07
正常人混合尿样, mL	1.0	1.0	1.0	1.0
镍浓度, μg/L	0	50	100	150

按 6.1 条的条件测量各管的吸光度。从 1~3 号管的吸光度中减去 0 号管的吸光度,以镍浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

6.4 样品测定

6.4.1 标准曲线法

取尿样 1mL,加入 0.1mL 水,混匀。以盐酸溶液(4.4)为空白,按 6.1 条测量吸光度。尿样的吸光度减去空白的吸光度,由标准曲线上查得镍的浓度。在测定前后及每测定 10 个样品后,测定一次质控样。

6.4.2 标准加入法

取两份尿样,每份 1mL,一份加入一定量标准溶液(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,以盐酸溶液(4.4)为空白,按 6.1 条的条件,测量吸光度。由两样品吸光度减去空白的吸光度。在测定前后及每测定 10 个样品后测定一次质控样。

7 计算

7.1 按式(1)计算尿样换算成标准比重(1.020)下的浓度校正系数( $k$ )。

$$k = \frac{1.020 - 1.000}{\text{实测比重} - 1.000} \dots\dots\dots (1)$$

7.2 按式(2)(标准曲线法)或式(3)(标准加入法)计算尿中镍的浓度。

$$X = c \cdot k \dots\dots\dots (2)$$

$$X = \frac{A_x}{A_0 - A_x} \cdot c \cdot k \dots\dots\dots (3)$$

式中:  $X$ ——尿中镍的浓度, μg/L;

- $c$ ——由标准曲线查得的镍的浓度或采用标准加入法时加入标准溶液的浓度,  $\mu\text{g/L}$ ;  
 $A_0$ ——扣除空白值的尿样加标的吸光度;  
 $A_x$ ——扣除空白值的尿样加水的吸光度。

## 8 说明

- 8.1 本法最低检测浓度:  $1.4\mu\text{g/L}$ (空白值的3倍标准差); 线性范围  $0\sim 200\mu\text{g/L}$ , 精密度:  $CV=1.0\%\sim 8.0\%$  ( $32.9\sim 146.5\mu\text{g/L}$ ,  $n=6$ ); 准确度: 接触者尿样加标回收率为  $98.5\%\sim 115.3\%$  (尿镍浓度  $12.9\sim 56.5\mu\text{g/L}$ , 加标量  $20\sim 90\mu\text{g/L}$ ,  $n=6$ )。
- 8.2 市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。
- 8.3 采晨尿测定, 若采班前或班后尿时, 工人要脱离现场, 换下工作服, 洗净手, 然后再排尿, 以防止外来污染。
- 8.4 使用本法时, 应根据所用仪器的性能选择最佳石墨炉工作程序, 务使灰化电流(温度)尽可能大, 以便除掉绝大部分尿的基体成分, 而镍又无损失。本法提供的仪器操作条件仅供参考。
- 8.5 石墨管易老化, 测试的灵敏度会逐渐降低, 因此, 必须在样品分析的同时制备标准曲线, 并使用同一支石墨管。
- 8.6  $\text{Mn}^{2+}25\mu\text{g/L}$ ,  $\text{Cr}^{6+}$ 、 $\text{V}^{5+}$ 、 $\text{Mo}^{6+}50\mu\text{g/L}$ ,  $\text{Ti}^{4+}$ 、 $\text{Co}^{2+}1\text{mg/L}$ ,  $\text{Cu}^{2+}2\text{mg/L}$  不干扰测定。
- 8.7 质控样如使用标准尿样或加标的模拟尿时, 可考察准确度和精密度。如使用接触者尿或加标的正常尿时, 可考察精密度。但人尿不宜久存。模拟尿只含人尿的大量成分。

---

### 附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由辽宁省劳动卫生研究所负责起草。

本标准主要起草人姜晓雯。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。