

中华人民共和国卫生行业标准

尿中镍的分光光度测定方法

WS/T 43—1996

Urine—Determination of nickel— Spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了尿中镍的分光光度测定方法。

本法最低检测浓度为 $2\mu\text{g/L}$ 。

本标准适用于接触镍的工人尿中镍的测定。

2 原理

尿样经酸消化后,其中的镍与丁二酮肟(DMG)生成 Ni-DMG 络合物,用三氯甲烷萃取,以分离其他干扰离子,然后在三氯甲烷-冰乙酸-乙醇介质中, Ni^{2+} 再与 2-[5-溴-吡啶]偶氮]-5-(二乙胺)苯酚(5-Br-PADAP)络合,生成红色络合物,于波长 559nm 处,比色定量。

3 仪器

- 3.1 分光光度计,10mm、30mm 比色杯。
- 3.2 分液漏斗,50mL。
- 3.3 锥形瓶,100mL。
- 3.4 具塞比色管,10mL。
- 3.5 聚乙烯塑料瓶,100mL 以上。
- 3.6 尿比重计。

4 试剂

本标准所用试剂除另有说明者外,均为分析纯试剂。

- 4.1 实验用水为蒸馏水或具有同等纯度的去离子水。
- 4.2 硝酸, $\rho_{20} = 1.42\text{g/mL}$ 。
- 4.3 硫酸, $\rho_{20} = 1.84\text{g/mL}$ 。
- 4.4 冰乙酸, $\rho_{20} = 1.05\text{g/mL}$ 。
- 4.5 高氯酸, $\rho_{20} = 1.67\text{g/mL}$ 。
- 4.6 氨水, $\rho_{20} = 0.9\text{g/mL}$ 。
- 4.7 无水乙醇。
- 4.8 三氯甲烷。
- 4.9 硫酸-硝酸混合酸消化液,2+5。
- 4.10 冰乙酸-无水乙醇溶液,1+1。
- 4.11 氨水溶液,1+50。

- 4.12 柠檬酸钠溶液,200g/L。
- 4.13 丁二酮肟(DMG)乙醇溶液,10g/L。
- 4.14 甲酚红乙醇溶液,1g/L。
- 4.15 5-Br-PADAP 乙醇溶液,0.35g/L。
- 4.16 镍标准溶液:称取0.4477g 硫酸镍(NiSO₄·6H₂O),溶于水中,定量转移至1 000mL 容量瓶中,稀释至刻度。此液1mL=100μgNi²⁺。临用前再用水稀释成1mL=1μgNi²⁺的标准应用液。
- 4.17 质控样:用标准尿样、加标的模拟尿、接触者混合尿或加标的正常人混合尿作质控样。

5 采样、运输和保存

用塑料瓶收集班末一次尿样约100mL,尽快测定比重后,每100mL尿样加入2mL硝酸(4.2)于4℃冰箱或室温可存放两周。尿样在分析前要彻底摇匀。

6 分析步骤

6.1 样品处理

取尿样25mL于锥形瓶中,加混合酸(4.9)5mL,加热至棕色或冒白烟,取下稍冷。加0.5mL高氯酸,继续加热消化至无色。冷却后,加5mL水稀释并移入分液漏斗中,用5mL水洗涤锥形瓶两次,洗涤液亦并入同一分液漏斗中。用25mL水代替尿样,按样品处理的操作处理,作为空白对照。

6.2 标准曲线的绘制

6.2.1 取分液漏斗6个,按下表配制标准管。

镍的标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
标准应用液(4.16),mL	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
水,mL	10.0	9.8	9.6	9.4	9.2	9.0
Ni的含量,μg	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0

6.2.2 于分液漏斗中各加入1滴甲酚红溶液,1.5mL柠檬酸钠溶液,0.5mL丁二酮肟溶液。用氨水(4.6)调节溶液至呈紫色后再多加3滴,加5mL三氯甲烷。振摇250次,静置分层,弃去水层,三氯甲烷层用氨水溶液(4.11)洗三次,然后移入比色管中。

6.2.3 于各管中加入0.5mL5-Br-PADAP溶液,4mL冰乙酸-无水乙醇溶液,再加无水乙醇至刻度,混匀。10min后用30mm比色杯,于波长559nm处,以试剂空白为参比,测量吸光度值。以镍含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

6.3 样品测定

6.3.1 各样品管按6.2.2条操作。

6.3.2 于样品管中各加入0.5mL5-Br-PADAP溶液,4mL冰乙酸无水乙醇溶液,再加无水乙醇至刻度,混匀。10min后用30mm比色杯,于波长559nm处,以空白对照为参比,测量吸光度。从标准曲线上查得镍含量。在测定前后以及每测定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)计算尿中镍的浓度。

$$X = \frac{m \times 1\,000}{V} \times k \dots\dots\dots (2)$$

式中： X ——尿样中镍的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 m ——由标准曲线上查得的镍的含量， μg ；
 V ——分析时所取尿样体积， mL 。

8 说明

- 8.1 本法的最低检测浓度，取 25mL 尿样分析时为 $2\mu\text{g/L}$ 。线性范围 $0\sim 1.0\mu\text{g}$ 。精密度： $CV=3.2\%\sim 16.9\%$ （尿镍浓度 2.36, 6.48, 15.9, 79.6 $\mu\text{g/L}$, $n=6$ ）。准确度：尿样加标回收率= $80.0\%\sim 103.3\%$ （镍加入量 0.3, 2.0 μg , $n=6$ ）。
- 8.2 采集尿样时工人要脱离现场环境，换下工作服，洗净手，以防污染。
- 8.3 用三氯甲烷萃取 Ni-DMG 络合物的一次萃取率可达 99.5%，颜色可稳定 15h。
- 8.4 铜离子对本法有明显干扰，用 1+50 氨水洗涤有机相即可完全消除此干扰。
- 8.5 质控样用标准尿样和加标的模拟尿时可考察准确度和精密度。用接触者尿和加标的正常尿时可考察精密度。但人尿不易久存。模拟尿只含人尿中的大量成分。

附加说明：

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由广东省职业病防治院负责起草。

本标准主要起草人黄春英、刘其中。

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。