

血中镍的石墨炉原子吸收光谱法

WS / T 45—1996

1 **原理** 血样用水稀释后, 直接注入石墨管中, 通过干燥和灰化除去大部分血液基体成份。原子化时, 基态镍原子吸收232.0nm特征谱线, 测量吸收强度定量。

2 仪器

- 2.1 具盖聚乙烯塑料瓶, 50ml。
- 2.2 具塞比色管, 10ml。
- 2.3 微量移液管, 20 μ l。
- 2.4 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30s, 150 $^{\circ}$ C, 斜坡20s; 灰化900 $^{\circ}$ C, 20s; 原子化2400 $^{\circ}$ C, 3s, 停气; 清洗2800 $^{\circ}$ C, 1s。

3 试剂 实验用水为去离子水

- 3.1 硝酸溶液, 5% (V/V)。
- 3.2 肝素钠溶液: 称取肝素钠0.1g, 加水溶解后, 稀释成100ml。
- 3.3 镍标准溶液: 称取0.1000g镍粉(光谱纯), 用少量硝酸(高纯)溶解。在沸水浴上蒸干后, 用硝酸溶液溶解残渣并转移到100ml容量瓶中, 稀释至刻度。此溶液1.0mg / ml镍标准贮备液。临用前, 用硝酸溶液逐级稀释成1.0 μ g/ml镍标准溶液。

4 **样品的采集、运输和保存** 抽取1.0ml静脉血, 置于预先加入9.0ml肝素钠溶液的具盖聚乙烯塑料瓶中, 充分混合, 在室温下尽快运输。置于4 $^{\circ}$ C下可保存2周, 最好当天分析。

5 分析步骤

5.1 样品处理: 将血样由冰箱中取出, 放至实验室温度。彻底摇匀后, 供测定。同时, 取9ml肝素钠溶液, 加1.0ml水, 混匀, 作为空白对照。

5.2 标准曲线的绘制: 取4支具塞比色管, 分别加入0、0.50、1.00、1.50ml标准溶液, 加水至9.0ml, 再各加1.0ml正常人混合血, 制备成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节到最佳测定; 测定各管的吸光度。以第2~4管的吸光度减去第1管的吸光度, 以镍的浓度与相应的吸光度值绘制标准曲线。

5.3 样品测定: 按测定镍标准系列的条件测定样品和空白对照。尿样的吸光度值减去空白的吸光度值后, 由标准曲线得镍的浓度(μ g/L)。

6 计算 按式(1)计算血中镍的浓度:

$$C=10 \times c \quad (1)$$

式中: C——血中镍的浓度, μ g / L; c——由标准曲线得镍的浓度, μ g / L; 10——血样稀释倍数。

7 说明

7.1 本法的最低检测浓度为1.42 μ g/L(按取1ml血样计); 测定范围为1.42~200 μ g / L; 相对标准偏差为4.8%~9.1%(血镍浓度为50~200 μ g/L, n=6); 血样加标回收率为96.2%~100.6%(血镍浓度为58.8~168.8 μ g / L, n=6)。

7.2 接触可溶性镍盐的工人应采集班后血, 代表一个工作日的接触情况。

7.3 血样中0.25倍的Mn²⁺, 0.5倍的Cr⁶⁺、Mo⁶⁺、V⁵⁺, 10倍的Cd²⁺、Ti⁴⁺及20倍的Cu²⁺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李金泰和宋力伟等同志研制。