

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 45—1996

血中镍的石墨炉原子吸收光谱 测定方法

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

1996-10-14 发布

1997-05-01 实施



中华人民共和国卫生部 发布

中华人民共和国卫生行业标准

血中镍的石墨炉原子吸收光谱 测定方法

WS/T 45—1996

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

1 主题内容与适用范围

本标准规定了血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 $1.42 \mu\text{g/L}$ 。

本标准适用于接触镍的工人血中镍的测定。

2 原理

血样用水稀释后,用石墨炉原子吸收分光光度计,在 232.0 nm 波长下,测定镍的浓度。

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 镍空心阴极灯。

3.3 记录仪。

3.4 容量瓶, 50 mL , 100 mL 。

3.5 比色管, 10 mL 。

3.6 微量移液管, $20 \mu\text{L}$ 。

3.7 聚乙烯塑料瓶, 50 mL 。

3.8 玻璃和塑料器皿均用 $1+1$ 硝酸溶液浸泡过夜,冲洗干净。避尘晾干后备用。

4 试剂

4.1 实验用水:为去离子水或用全玻璃蒸馏器重蒸的水。

4.2 硝酸, $\rho_{20}=1.42 \text{ g/mL}$,分析纯。

4.3 镍粉,光谱纯。

4.4 肝素钠,生化试剂。

4.5 硝酸溶液, $5\%(V/V)$ 。

4.6 肝素钠溶液:称取 0.1 g 肝素钠,溶于水后,加水至 100 mL 。

4.7 镍标准溶液:称取 0.1000 g 镍粉,用少量硝酸(4.2)溶解。加热至近干,用硝酸(4.5)将残渣溶解后,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,此溶液 $1 \text{ mL}=1 \text{ mg}$ 镍。临用前用水稀释成 $1 \text{ mL}=1 \mu\text{g}$ 镍的标准应用液。

4.8 质控样:用标准血样、接触者混合血或加标的正常人混合血作为质控样。

5 采样、运输和保存

抽取静脉血 1.0 mL,置于预先加入 9.0 mL 肝素钠溶液的聚乙烯瓶中,充分混匀后,在室温下尽快运输,于 4℃下保存,最好当天分析。

分析前,将血样彻底摇匀。

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节到最佳测定状态。

波长 232.0 nm	干燥 100℃ 30 s(斜坡)
狭缝 0.3 nm	150℃ 20 s(斜坡)
灯电流 7 mA	灰化 900℃ 20 s(阶梯)
进样量 20 μL	原子化 2 400℃ 3 s(阶梯)
氩气 1 L/min(原子化阶段停气)	清洗 2 800℃ 1 s(阶梯)
背景校正 氩灯或其他	

6.2 样品处理

将血样(5)由冰箱中取出,放至室温。充分混匀后,供测定用。

6.3 空白试验

取 9 mL 肝素钠溶液,加 1 mL 水,混匀,按 6.1 条步骤测定。

6.4 标准曲线的绘制

取 4 支比色管,按下表配制标准管。

血镍标准管的配制

管 号	0	1	2	3
镍标准溶液(4.7),mL	0	0.5	1.0	1.5
正常人混合血样,mL	1.0	1.0	1.0	1.0
水,mL	9.0	8.5	8.0	7.5
镍浓度,μg/L	0	50	100	150

按 6.6 条测量各管的吸光度。以 1~3 号管的吸光度减去 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。

6.5 样品测定

取经过处理的样品(6.2)按 6.1 条测定。将测得的吸光度减去空白(6.3)的吸光度后,由标准曲线查得血样中镍的浓度。在测定前后及每测定 10 个样品后,测定一次质控样。

7 计算

7.1 按式(1)计算血中镍的浓度。

$$X = 10c \dots\dots\dots(1)$$

式中: X——血中镍的浓度,μg/L;

c——由标准曲线查得的镍浓度,μg/L;

10——血样稀释倍数。

8 说明

8.1 本法最低检测浓度为 1.42 μg/L(空白值的 3 倍标准差);标准曲线的线性范围 0~200 μg/L;精密性:CV=4.8%~9.1%(血镍浓度 50~200 μg/L,n=6);血样加标回收率 96.2%~100.6%(血镍浓度

58.8~168.8 $\mu\text{g/L}$, $n=6$)。

8.2 采样问题。对于接触可溶性镍盐的工人,应采集班后血,此时代表一个工作日的接触情况,采样前,工人应脱离接触现场,脱掉工作服,并依次用3%硝酸和75%乙醇彻底擦洗采样部位,以防外来污染。

8.3 本法的特点是样品只需简单的前处理即可进行分析。由于仪器型号不同,本法提供的仪器操作条件仅供参考。

8.4 共存物的干扰及去除。血样中0.25倍的 Mn^{2+} ,0.5倍的 Cr^{6+} 、 Mo^{6+} 、 V^{5+} ,10倍 Ca^{2+} 、 Tl^{4+} 及20倍的 Cu^{2+} 不干扰测定。

8.5 质控样如使用标准血样时,可考察准确度及精密度。如使用接触者血样或加标的正常血样时,可考察精密度。

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和河南省新乡市职业病防治所负责起草。

本标准主要起草人李金泰、李庭俊、宋力伟。

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。

