

尿中镍的丁二酮肟分光光度法

WS / T 43-1996

1 原理 尿样经酸消化后,镍离子与丁二酮肟形成络合物,用氯仿萃取,以分离干扰离子。然后,在氯仿-冰乙酸-乙酸介质中,镍离子再与5-Br-PADAP生成红色络合物,于559nm波长处比色定量。

2 仪器

- 2.1 具盖聚乙烯塑料瓶, 500ml。
- 2.2 锥形瓶, 100ml。
- 2.3 分液漏斗, 50ml。
- 2.4 具塞比色管, 10ml。
- 2.5 分光光度计, 10mm, 30mm比色杯。

3 试剂 实验用水为去离子水。

- 3.1 硫酸-硝酸混合消化液, 2+5。
- 3.2 高氯酸。
- 3.3 甲酚红乙醇溶液, 1g / L。
- 3.4 柠檬酸钠溶液, 200g / L。
- 3.5 丁二酮肟乙醇溶液, 10g/L。
- 3.6 氨水。
- 3.7 氯仿。
- 3.8 氨水溶液, 1+50。
- 3.9 2-[5-溴-吡啶偶氮]-5-二乙胺苯酚(5-Br-PADAP)乙醇溶液, 0.35g / L。
- 3.10 冰乙酸-无水乙醇溶液, 1+1。
- 3.11 无水乙醇。
- 3.12 镍标准溶液: 称取0.4477g硫酸镍($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), 溶于水中, 定量转移到1000ml容量瓶中, 稀释至刻度。此溶液为100 $\mu\text{g} / \text{ml}$ 镍标准贮备液。临用前, 用水稀释成1.0 $\mu\text{g} / \text{ml}$ 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班末一次尿样约100ml, 尽快测量比重; 每100ml尿加入2ml浓硝酸(优级纯)。室温下运输置于4℃冰箱中或室温下可保存2周。

5 分析步骤

5.1 样品处理: 取25.0ml尿样于锥形瓶中, 加入5ml硫酸-硝酸混合消化液, 加热至棕色或冒白烟取下放冷。加0.5ml高氯酸, 继续加热消化至无色。放冷后, 加5ml水稀释, 并转移入分液漏斗中。用5ml水洗涤锥形瓶两次, 洗液并入同一分液漏斗中。用25ml水代替尿样, 与样品同样处理, 作为空白对照。

5.2 标准曲线的绘制: 取6个分液漏斗, 分别加入0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00ml标准溶液, 加水至10.0ml, 制备成0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 μg 镍标准系列。各分液漏斗加入1滴甲酚红溶液、1.5ml柠檬酸钠溶液和0.5ml丁二酮肟溶液。用氨水调节溶液至呈紫色后再多加3滴; 加5ml氯仿, 振摇150次。静置分层后, 弃去水层, 氯仿层用氨水溶液洗2次, 然后移入具塞比色管中。向各管加入0.5ml 5-Br-PADAP溶液和4.0ml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, 在559nm波长处, 以试剂空白为参比, 测量吸光度。以镍的含量与相应的吸光度绘制标准曲线。

5.3 样品测定: 用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和空白对照溶液。从所测得的样品吸光度值中减去空白对照的吸光度值后, 由标准曲线得样品管中

镍的含量(μg)。

6 计算 按式(1)计算尿中镍的浓度:

$$C = \frac{m \times 1000}{V} \times k \quad (1)$$

式中: C——尿中镍的浓度, $\mu\text{g}/\text{L}$; m——由标准曲线得的镍含量, μg ; V——分析时所取尿样体积, ml; 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 $2\mu\text{g}/\text{L}$ (按取25ml尿样计); 测定范围为 $0.05\sim 1.0\mu\text{g}$; 相对标准偏差为 $3.2\%\sim 16.9\%$ (尿镍浓度为 $2.4\sim 80\mu\text{g}/\text{L}$, $n=6$); 样品加标回收率为 $80.0\%\sim 103.3\%$ (加镍量为 $0.3\sim 2.0\mu\text{g}$, $n=6$)。

7.2 用氯仿萃取Ni-丁二酮肟络合物, 一次萃取率可达 99.5% , 颜色可稳定15h。

7.3 铜离子对测定有明显的干扰, 用1+50氨水洗涤有机相可以消除。

7.4 本法由广东省职业病防治院黄春英和刘其中等同志研制。