

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 38—1996

血中铬的石墨炉原子吸收光谱测定方法

Blood—Determination of chromium—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

血中铬的石墨炉原子吸收光谱测定方法

WS/T 38—1996

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

1 主题内容与适用范围

本标准规定了血中铬的石墨炉原子吸收光谱测定方法。

本法最低检测浓度为 $0.54 \mu\text{g}/\text{L}$ 。

本标准适用于接触铬工人血中铬的测定。

2 原理

血样加水稀释后，在 357.9 nm 波长下，直接用石墨炉原子吸收光谱法测定铬的浓度。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。

3.2 热解石墨管。

3.3 铬空心阴极灯。

3.4 具塞刻度试管， 5 mL 。

3.5 微量移液管， $20 \mu\text{L}$ 。

3.6 聚乙烯塑料瓶， 10 mL 。

3.7 玻璃和塑料器皿均用 10% 硝酸浸泡过夜，用去离子水冲洗干净，晾干后避尘保存备用。

4 试剂

4.1 实验用水为去离子水或经全玻璃蒸馏器重蒸的水。

4.2 重铬酸钾，分析纯。

4.3 肝素钠。

4.4 铬标准溶液：准确称取 2.8288 g 重铬酸钾（4.2）（预先在 120°C 干燥过），用去离子水（4.1）溶解，转移至 1000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。此溶液 $1 \text{ mL} = 1 \text{ mg Cr}^{6+}$ ，为标准储备液。临用前，用去离子水（4.1）稀释成 $1 \text{ mL} = 0.1 \mu\text{g Cr}^{6+}$ 的标准应用溶液。

4.5 质控样：用标准血样、接触者混合血样或加标的正常人混合血样加标作质控样。

5 采样、运输和保存

将采集的静脉血置于预先加入肝素钠（ 1 mg/mL 血）的聚乙烯瓶中，充分振荡。可在常温下运输。带回实验室立即分析，或于冰箱中保存（约 -8°C 下）至少可稳定两周。

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节至最佳测定状态。

波 长	357.9 nm	干 燥	15~17 A	60 s(阶梯)
狭 缝	0.2 nm	灰 化	100A	70 s(阶梯)
铬灯电流	20 mA	原 子 化	230A	4 s (阶梯)
进 样 量	20 μ L	清 洗	300A	
氯 气	1 L/min(原子化停气)			

6.2 空白试验

取 0.05% 肝素钠溶液，按 6.1 条件测定。

6.3 样品处理

~~将血样(5)由冰箱中取出,放至室温,充分振荡混合后,取出1mL,加9mL水,混匀后,供测定用。~~

6.4 标准曲线(标准加入法)

取4支试管(3.4),按下表配制标准管。

铬标准管的配制

管号	0	1	2	3
铬标准溶液(4.3), mL	0	0.08	0.16	0.24
水, mL	1.00	0.92	0.84	0.76
血样(6.3), mL	1.0	1.0	1.0	1.0
铬含量, $\mu\text{g/L}$	0	4	8	12

按仪器操作条件(6.1)测定各管和空白管(6.2)的吸光度。各管的吸光度减去空白的吸光度,以铬含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

6.5 样品测定

6.5.1 标准曲线(6.4)外延,使与横坐标相交,对应于原点和交点的距离,即为血样中铬的浓度。按式(1)计算出原血样中铬的浓度。

6.5.2 大批样品分析时,可采用标准加入计算法定量。即分取两份样品(5),置于5mL试管中,每份0.1mL,其中一份加入一定量的标准溶液(加入铬产生的吸光度应接近血样吸光度的一半),两份同时补加水至2mL,按仪器操作条件(6.1)测定,同时做空白(6.2)。由两样品的吸光度减去空白的吸光度,按式(2)计算出血样中铬的浓度。

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 标准加入法按式(1)计算血样中铬的浓度。

式中: X —血中铬的浓度, $\mu\text{g/L}$;

c—由标准曲线查得的铬浓度, $\mu\text{g/L}$;

20——血样稀释倍数。

7.2 标准加入计算法按式(2)计算血样中铬的浓度。

式中： A_0 ——样品加标的吸光度减去空白的吸光度；

A_x ——样品加水的吸光度减去空白的吸光度；

c ——样品加标后铬的浓度， $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

8 说明

8.1 本法最低检测浓度为 $0.54 \mu\text{g}/\text{L}$ (空白值 3 倍标准差)；标准曲线线性范围 $0\sim120 \mu\text{g}/\text{L}$ ；精密度： $CV=3.6\%\sim7.3\%$ (血铬浓度 $1.5\sim15 \mu\text{g}/\text{L}$, $n=6$)；加标回收率 $98.3\%\sim106.7\%$ (血铬浓度 $3.0\sim17.2 \mu\text{g}/\text{L}$, $n=6$)。

8.2 采样前，应将采样部位依次用稀硝酸、EDTA 水溶液、去离子水、酒精彻底清洗，以防外来污染。

8.3 本法的特点是样品不经前处理，直接进样分析，依靠仔细地选择样品灰化条件，清除样品基体干扰。方法适用于早期进口仪器和国产仪器。由于仪器型号不同，性能各异，本法提供的仪器操作条件仅供参考。测定时如有必要也可使用背景校正装置。

8.4 Cu^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Co^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Mn^{2+} 、 Ti^{4+} 和 V^{5+} 等离子不干扰测定。

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

本标准主要起草人宋力伟。

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。