

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 315—2018

代替 WS/T 38—1996

血中铬的测定 石墨炉原子吸收光谱法

Determination of chromium in blood—

Graphite furnace atomic absorption spectrometric method

2018 - 08 - 16 发布

2019 - 01 - 01 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布

前 言

根据《中华人民共和国职业病防治法》制定本标准。

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准代替WS/T 38—1996《血中铬的石墨炉原子吸收光谱测定方法》。

与WS/T 38—1996相比，主要修改如下：

- 仪器操作条件改为仪器操作参考条件；
- 对标准配制及样品处理方法进行了改进；
- 增加了基体改进剂的使用。

本标准起草单位：江苏省疾病预防控制中心、中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所、广东省职业病防治院、无锡市疾病预防控制中心、南京市职业病防治院。

本标准主要起草人：仲立新、朱宝立、张恒东、姜冬、闫慧芳、张敬、张爱华、董明、刘文卫、孟元华、邢艳、周同舟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

- WS/T 38—1996。

血中铬的测定 石墨炉原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了测定血中铬的石墨炉原子吸收光谱法。

本标准适用于职业接触人员血中铬的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GBZ/T 295 职业卫生生物监测方法 总则

WS/T 97 尿中肌酐的分光光度测定法

WS/T 98 尿中肌酐的反相高效液相色谱测定方法

3 原理

血液样品用基体改进剂稀释后，在357.9 nm波长下，用石墨炉原子吸收光谱法测定。

4 仪器

4.1 容量瓶，10 mL、100 mL、500 mL、1000 mL。

4.2 移液器，50 μ L、200 μ L、1000 μ L。

4.3 天平，感量为0.1mg。

4.4 具盖塑料离心管，1.5 mL。

4.5 采血用品，采血针、消毒棉签、肝素锂（钠）真空采血管等。

4.6 原子吸收光谱仪，配石墨炉原子化器、塞曼校正装置，附铬空心阴极灯。

5 试剂

5.1 实验用水，去离子水或石英玻璃亚沸蒸馏水。

5.2 硝酸，高纯。

5.3 Triton X-100，色谱纯。

5.4 六水合硝酸镁，优级纯。

5.5 基体改进剂：称取0.865 g六水合硝酸镁溶于适量水中，分别加入1.0 mL Triton X-100，2.0 mL 硝酸，定容至1000 mL。

5.6 牛血，肝素抗凝， -20°C 保存，用时放至室温摇匀。也可采用低本底人血等。

5.7 铬标准储备液：准确称取基准物质重铬酸钾（ 110°C ，烘2 h）1.4315 g（精确至0.0001 g），用少量水溶解后全量转移到500 mL容量瓶中，加5.0 mL硝酸，用水定容至刻度，混匀。此溶液每毫升含1.0 mg铬。或购置经国家认证并授予标准物质证书的铬单元素标准储备液。

5.8 铬标准中间液[$\rho(\text{Cr})=5.0\ \mu\text{g}/\text{mL}$]：用基体改进剂将铬单元素标准储备液稀释成浓度为5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准中间液。

5.9 铬标准系列溶液：分别吸取铬标准中间液（5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）0.0 μL 、30.0 μL 、50.0 μL 、100.0 μL 、200.0 μL 、400.0 μL 、800.0 μL 于10 mL容量瓶中，用基体改进剂稀释至刻度，混匀。各容量瓶中每升分别含铬0.0 μg 、15.0 μg 、25.0 μg 、50.0 μg 、100.0 μg 、200.0 μg 、400.0 μg 。临用现配。

6 样品的采集、运输和保存

按GBZ/T295 要求采集铬接触工人静脉血2.0 mL以上，立即摇匀，冷藏运输。样品 4°C 条件下可保存两周， -20°C 条件下可保存两个月。

7 分析步骤

7.1 仪器操作参考条件

参照下列仪器条件，将具塞曼校正装置的原子吸收光谱仪调试至最佳状态。

- a) 波长：357.9 nm；
- b) 狭缝：0.7 nm；
- c) 进样体积：10 μL ；
- d) 石墨炉条件：
 - 干燥：室温 $\sim 110^{\circ}\text{C}$ ，20 s； $110^{\circ}\text{C}\sim 130^{\circ}\text{C}$ ，30 s；
 - 灰化： 1300°C ，20 s；
 - 原子化： 2300°C ，5 s（停气）；
 - 清除： 2500°C ，5 s。

7.2 样品预处理

将血样放至室温，充分摇匀，吸取血样0.10 mL于1.5 mL具盖塑料离心管中，加入0.90 mL基体改进剂，充分混匀，待测；同时用0.10 mL水代替血样，按样品同样处理，作为试剂空白。

7.3 工作曲线的配制和测定

取7只1.5 mL具盖塑料离心管，分别吸取0.1 mL 0.0 $\mu\text{g}/\text{L}\sim 400.0\ \mu\text{g}/\text{L}$ 标准系列溶液、0.1 mL牛血、0.8 mL基体改进剂于离心管中，混匀，参照仪器操作参考条件进样测定。具体操作见表1。根据各管吸光度与标准系列1管吸光度差值，与铬浓度（ $\mu\text{g}/\text{L}$ ）计算回归方程。

表 1 血铬工作曲线标准系列溶液配制

试管编号	1	2	3	4	5	6	7
铬标准系列溶液/mL	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
牛血/mL	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
基体改进剂/mL	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80
铬浓度/($\mu\text{g/L}$)	牛血本底值	牛血本底值+15	牛血本底值+25	牛血本底值+50	牛血本底值+100	牛血本底值+200	牛血本底值+400

7.4 测定

用测定标准系列溶液的操作条件测定试剂空白、样品空白和样品溶液，测得的样品和样品空白吸光度值减去试剂空白吸光度值后，由回归方程计算样品中铬的浓度（ $\mu\text{g/L}$ ）。

8 计算

血样中铬的浓度，按式（1）进行计算：

$$c = c_1 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

c ——血样中铬的浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

c_1 ——由回归方程计算所得血样中铬的浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）。

9 说明

9.1 方法检出限为 $0.47 \mu\text{g/L}$ ，定量下限为 $1.56 \mu\text{g/L}$ ；方法测定范围为 $1.56 \mu\text{g/L} \sim 400.0 \mu\text{g/L}$ ，在此范围内相关系数 >0.9990 ；方法批内精密度范围为 $0.6\% \sim 6.6\%$ （血铬浓度为 $4.1 \mu\text{g/L} \sim 306.1 \mu\text{g/L}$ ， $n=6$ ）；方法批间精密度范围为 $1.0\% \sim 6.7\%$ （血铬浓度为 $4.1 \mu\text{g/L} \sim 302.4 \mu\text{g/L}$ ， $n=6$ ）；血样加标回收率为 $94.5\% \sim 104.1\%$ （血铬本底浓度为 $3.2 \mu\text{g/L} \sim 101.2 \mu\text{g/L}$ ，加标浓度为 $25.0 \mu\text{g/L} \sim 300.0 \mu\text{g/L}$ ， $n=6$ ）。

9.2 本法用于血铬测定，血样最小取样量为 $50.0 \mu\text{L}$ 。

9.3 实验所用器皿均需以硝酸溶液（1+4）浸泡过夜，用水反复冲洗，最后用去离子水冲洗干净。

9.4 本法用于血铬测定时，不应使用氘灯校正装置的石墨炉原子吸收光谱仪进行分析，否则会导致方法检出限、定量下限均较高。

9.5 $1000.0 \mu\text{g/mL}$ 的 Na^+ 、 K^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Zn^{2+} ， $500.0 \mu\text{g/mL}$ 的 Fe^{3+} ， $100.0 \mu\text{g/mL}$ 的 Li^+ 、 Si^+ 、 Ba^{2+} 、 Be^{2+} 、 Al^{3+} 、 Ni^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Pb^{2+} 等离子不干扰测定。