

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 34—1996

血中镉的石墨炉原子吸收光谱测定方法

Blood—Determination of cadmium—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

血中镉的石墨炉原子吸收光谱测定方法

WS/T 34—1996

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

1 主题内容与适用范围

本标准规定了血中镉的石墨炉原子吸收光谱测定方法。

本法最低检测浓度为 $0.66\mu\text{g/L}$ 。

本标准适用于正常人和接触镉的工人血中镉的测定。

2 原理

血中镉被一定浓度酸溶液溶出,离心除去蛋白,直接进样,在 228.8nm 波长下,用石墨炉原子吸收光谱法测定镉的浓度。

3 仪器

- 3.1 原子吸收分光光度计,石墨管和背景校正装置。
- 3.2 镉空心阴极灯。
- 3.3 离心机, 4000r/min 或 10000r/min 。
- 3.4 旋涡混合器。
- 3.5 聚乙烯塑料离心管, 1.5mL 。
- 3.6 微量加液器, $10\mu\text{L}$ 。
- 3.7 玻璃和塑料器皿均用 $10\%(V/V)$ 硝酸浸泡过夜,用去离子水冲洗干净,晾干后备用。

4 试剂

- 4.1 实验用水:为去离子水,或石英玻璃亚沸蒸馏水。
- 4.2 硝酸, $\rho_{20}=1.42\text{g/mL}$,高纯。
- 4.3 金属镉,光谱纯。
- 4.4 乙醇, $75\%(V/V)$,分析纯。
- 4.5 硝酸溶液, $4+96$ 。
- 4.6 肝素钠水溶液。 10g/L 。
- 4.7 牛血,肝素抗凝。
- 4.8 镉标准溶液:称取 0.5000g 金属镉,加 20mL 硝酸(4.2),加热溶解,将溶液定量移入 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液 $1\text{mL}=1\text{mg}$ 镉,临用前,用水稀释成 $1\text{mL}=0.1,0.2,0.4,0.8,1.6\mu\text{g}$ 镉的标准应用液。
- 4.9 镉-血标准溶液:取镉标准应用液(4.8)各 0.1mL ,加 4.9mL 牛血(4.7),混匀 -8°C 保存。血中镉的浓度分别为 $2.0,4.0,8.0,16.0,32.0\mu\text{g/L}$ 。

4.10 质控样:用标准血样、加标的正常人混合血样或接触者混合血样,作质控样。

5 采样、运输和保存

5.1 采末梢血:用硝酸溶液(4.5)和乙醇(4.4)先后清洗和消毒手指或耳垂皮肤,不锈钢三棱针刺破皮肤,用经肝素钠水溶液(4.6)清洗过内壁的吸管采血 0.1mL。另取 0.4mL 硝酸溶液(4.5)于聚乙烯塑料离心管中,在旋涡混合器上混合的状况下加入血样,于 4℃下可保存两周。

5.2 采静脉血:在硬质玻璃试管中加入 0.5mL 肝素钠水溶液,置于 60℃烘箱中烘干,加静脉血约 1mL,混合,然后取肝素抗凝血样 0.1mL,按末梢采血(5.1)处理。

6 分析步骤

6.1 仪器操作条件

参照下列仪器操作条件,将原子吸收分光光度计调节到最佳测定状态。

波长	228.8nm	干燥	25~150℃	30s,保持 10s
狭缝	0.8nm	灰化	250℃	20s
灯电流	7mA	原子化	1700℃	5s
进样量	10 μ L	清洗	2000℃	2s
载气流量	1.5L/min,原子化时停气			
背景校正	氘灯校正或塞曼效应校正。			

6.2 样品处理

将血样(5)混匀,放置 10min,于 4000r/min 离心 20min(或 10000r/min 离心 10min),取上清液供测定之用。

6.3 标准曲线的绘制

6.3.1 取 6 只聚乙烯塑料离心管,在旋涡混合器上混合的状况下按下表配制标准管。

镉标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
硝酸溶液(4.5),mL	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
牛血,mL	0.1	0	0	0	0	0
镉-血标准溶液(4.9),mL	0	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
镉浓度,mL	0	2	4	8	16	32

6.3.2 按 6.1 条的仪器操作条件,测量各管的吸光度,从 1~5 号管的吸光度值中减去 0 号管的吸光度值,以镉的浓度(μ g/L)为横坐标;吸光值为纵坐标绘制标准曲线。

6.4 样品测定

按 6.3.2 条测量样品(6.2)的吸光度减去 0 号管吸光度。由标准曲线上查得血样中镉的浓度。在测定前后及每测定 10 个样品后,测定一个质控样。

7 计算

由标准曲线上查得的镉的浓度即为血样中镉的浓度(μ g/L)。

8 说明

8.1 本法的特征浓度为 0.61 μ g/L/1%吸收,检测限为 0.66 μ g/L。线性范围 0~32 μ g/L,但是这些参数随使用的石墨管,原子吸收分光光度计的性能而异。精密度:CV 为 4.4%~10.7%(镉含量为 2.0,8.0,32.0 μ g/L, $n=6$),准确度:加标回收率为 100.1%~102.5%(加标量为 4.0~16.0 μ g/L, $n=6$)。

- 8.2 采集血样时要严防污染,取血时要脱离生产场所,换下工作服,洗净取血部位,所用刺针应是不锈钢或塑料用具。
- 8.3 所用仪器和石墨管的性能对测定有明显的影响,应将仪器调至为最佳测定状态。
- 8.4 Sn^{2+} , Sb^{3+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} 等离子不干扰测定。
- 8.5 质控样如使用标准血样时可以考察准确度和精密度。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。

本标准由湖北省卫生防疫站负责起草。

本标准主要起草人温新玲、梁禄、付正芬。

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。

