

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 317. 1-2018

代替 WS/T 34-1996

血中镉的测定 第 1 部分:石墨炉原子吸收光谱法

Determination of cadmium in blood—

Part 1:Graphite furnace atomic absorption spectrometry method

2019-01-01 实施

前言

根据《中华人民共和国职业病防治法》制定本标准。

GBZ/T 317《血中镉的测定》分为两个部分:

- 一一第1部分:石墨炉原子吸收光谱法:
- 一一第2部分: 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GBZ/T 317 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本部分代替 WS/T 34-1996《血中镉的石墨炉原子吸收光谱测定方法》。

与 WS/T 34-1996 相比主要修改如下:

——对标准配制及样品处理方法进行了改进。

本部分主要起草单位: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、江苏省疾病预防控制中心、山东省职业卫生与职业病防治研究院。

本部分主要起草人:潘亚娟、丁春光、张爱华、董明、朱醇、刘德晔、许光。

本部分所代替标准的历次版本发布情况:

——WS/T 34—1996°

血中镉的测定 第1部分:石墨炉原子吸收光谱法

1 范围

GBZ/T 317的本部分规定了测定血中镉的石墨炉原子吸收光谱法。 本部分适用于职业接触人员血中镉及其化合物的测定。

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

3 原理

血液样品(以下称血样)用硝酸溶液进行萃取,在228.8nm波长下,用石墨炉原子吸收光谱法测定镉的浓度。

4 仪器

- 4.1 采血用品:一次性采血针、消毒棉签、肝素锂(钠)真空采血管等。
- 4.2 容量瓶: 5mL。
- 4.3 具塞聚乙烯离心管: 1.5mL。
- 4.4 旋涡混合器。
- 4.5 离心机:转速大于10000r/min。
- 4.6 微量移液器: 量程分别为 20 此~200 此、100 此~1000 此。
- 4.7 原子吸收光谱仪: 具石墨炉、镉空心阴极灯和背景校正装置。仪器操作参考条件见表 1。

步骤	温度 ℃			载气流量 mL/min	
干 燥	110	5	10	250	
干 燥	130	10	20	250	
灰 化	500	20	30	250	
原子化	1800	0	3	0	
清除	2300	1	5	250	

表1 仪器操作参考条件

注: 提供以上条件是为方便标准使用者,如条件变更,应达到同等效果。

5 试剂

- 5.1 去离子水, 医用酒精。
- 5.2 硝酸,优级纯, ρ₂₀=1.42g/mL。
- 5.3 硝酸溶液, 0.2%(体积分数)。
- 5.4 硝酸溶液, 1%(体积分数)。
- 5.5 硝酸溶液,5%(体积分数)。
- 5.6 肝素抗凝的牛血,-20℃保存,用时放至室温摇匀。也可采用肝素抗凝的羊血等。本底镉含量应低于 $0.2~\mu g/L$ 。
- 5.7 标准溶液:采用国家认可的镉单元素标准溶液。

6 样品的采集、运输和保存

- 6.1 环境条件: 采血场所应干净、整洁, 无镉污染源。
- 6.2 人员要求:经过严格培训并熟悉采血过程,佩戴无粉乳胶手套。
- 6.3 样品采集:依据 GBZ/T 295 进行样品采集。依次用 0.2%硝酸溶液、去离子水、医用酒精清洁取血部位皮肤,血液样品的采集应大于 2mL,并立即摇匀,防止血液中有凝块形成。必要时采集双份样品,一份作为备份样品。
- 6.4 样品空白:随机抽取与样品采集同批号的采血容器 2 份,用同批采血针抽取 2.0 \pm 配 去离子水置于采血管中,作为样品空白。
- 6.5 样品运输:将采集后的样品和样品空白置于清洁容器中冷藏运输。
- 6.6 样品保存:样品在—20℃下可保存半年。

7 分析步骤

7.1 血镉工作曲线系列的配制

用1%硝酸溶液将镉单元素标准溶液稀释成1.0 μ g/Ll镉标准应用液,再配成浓度为0.0 μ g/L、25.0 μ g/L、50.0 μ g/L、100.0 μ g/L、200.0 μ g/L、300.0 μ g/L镉标准溶液系列(介质为1 %硝酸溶液)。 另取6只5 μ g/L 常量瓶,编号为1~6号。分别加入浓度为0.0 μ g/L~300.0 μ g/L的镉标准溶液系列0.20 μ g/L,再用牛血定容至刻度,配制成浓度为0.0 μ g/L、1.0 μ g/L、2.0 μ g/L、4.0 μ g/L、8.0 μ g/L、12.0 μ g/L 的血镉工作曲线溶液系列。具体见表2。

W= mm=1 H-2011/0000 Hours										
编号	1	2	3	4	5	6				
镉标准溶液系列浓度/(μg/L)	0.0	25.0	50.0	100. 0	200.0	300.0				
镉标准溶液系列体积/mL	0. 20	0. 20	0. 20	0. 20	0. 20	0. 20				
牛血体积/mL	4. 80	4.80	4. 80	4.80	4.80	4.80				
血镉工作曲线溶液浓度/(μg/L)	0.0	1. 0	2. 0	4.0	8. 0	12. 0				

表2 血镉工作曲线溶液系列配制

7.2 血镉工作曲线溶液系列、样品及样品空白的预处理

- 7.2.1 血镉工作曲线溶液系列处理:分别取 0.15 mL 血镉工作曲线溶液系列于 1.5 mL 具塞聚乙烯离心管内,各管加入 5 %硝酸溶液 0.60 mL,立即盖好盖子,强力振摇,然后在旋涡混合器上振摇 5 min,以 10000 r/min 离心 5 min,取上清液供测定。
- 7.2.2 样品及样品空白处理:样品稀释倍数应与工作曲线稀释倍数保持一致。将冷冻血样或样品空白取出,恢复到实验室温度。充分振摇混匀,取出 0.15 mL,置于 1.5 mL具塞聚乙烯离心管内,其余处理步骤同上。同时作试剂空白:取 1 %硝酸溶液 0.75 mL 于 1.5 mL具塞聚乙烯离心管,同样品处理。

7.3 血镉工作曲线溶液系列、样品及样品空白的测定

- 7.3.1 血镉工作曲线溶液系列的测定:将原子吸收光谱仪调整到最佳测定状态,取 15 μ L 上清液进样,测定各工作系列,每个浓度重复测定 3 次。2~6 号的吸光度值减去 1 号的吸光度值后,对相应的镉浓度(μ g/L)绘制工作曲线或计算回归方程。
- 7.3.2 样品及样品空白的测定:用测定血镉工作曲线系列的操作条件测定样品及样品空白,测得的吸光度值减去试剂空白吸光度值后,由工作曲线或回归方程计算镉的浓度(μg/L)。

7.4 检测过程质量控制

- 7.4.1 依据 GBZ/T 295 对检测过程进行质量控制。空白测定结果应小于检出限。当检测结果大于检出限时,表明样品在采集、运输和存储过程中受到污染,批量样品应作废。
- 7. 4. 2 血液样品检测前应同时测定高低两个水平的血镉质量控制样品,该质量控制样品的处理与样品处理应同批进行。在测定血镉工作曲线溶液系列并绘制工作曲线后,先测定质量控制样品,如质量控制样品的测定结果落在给定范围内,可进行样品测定。每测定 10 个样品后应重复测定质量控制样品。当测定结果超出给定范围时,应将前 10 个样品重新测定。

8 计算

按式(1)计算血样中镉的浓度:

式中:

- C 血中镉的浓度,单位为微克每升(µg/L);
- C₀ ─ 由工作曲线或回归方程得的血样中镉的浓度,单位为微克每升(μg/L)。

9 说明

- **9.1** 本法的检出限为 0. 24 μg/L,定量下限为 0. 70 μg/L;测定范围为 0. 70 μg/L~12. 0 μg/L。相对标准偏差范围为 2. 1 %~5. 2 % (n=6)。
- 9.2 本法的进样量可根据仪器具体情况确定,一般选择 10 µL~20 µL。
- 9.3 本法中基体对测定有影响,样品应采用与工作曲线系列溶液相同的处理方法。若样品中镉浓度超过测定范围,可将血镉工作曲线范围提高至 $24.0~\mu g/L$,标准系列及样品均采用 10 倍稀释方法处理后测定,即取血液 0.10~mL,加入 5~%硝酸溶液 0.90~mL。
- 9.4 真空采血管、具塞聚乙烯离心管和微量取液器吸头等一次性使用的用品也应经本底抽检合格方可使用,每个批号抽样量不得小于 10 支。容量瓶等用品需经 1:1 的硝酸溶液浸泡过夜,依次用自来水、去离子水清洗,并采用加入 1 %硝酸溶液作为待测液的方法进行本底检测,检测结果应小于检出限。
- 9.5 采血管不能使用 EDTA 抗凝管。
- 9.6 检测过程的质量控制应按照 GBZ/T 295 的要求进行。

4