

血中铬的石墨炉原子吸收光谱法

WS / T 38-1996

1 **原理** 血样加水稀释后,在357.9nm波长下,直接用石墨炉原子吸收分光光度计标准加入法测定铬的浓度。

2 仪器

2.1 具盖聚乙烯塑料管, 10ml。

2.2 具塞刻度试管, 5ml。

2.3 微量移液管, 20 μ l。

2.4 原子吸收分光光度计, 具石墨炉、背景校正装置和铬空心阴极灯。仪器操作条件:

干燥100 $^{\circ}$ C, 斜坡15s, 保持20s, 130 $^{\circ}$ C, 斜坡10s, 保持20s; 灰化1200 $^{\circ}$ C, 斜坡15s, 保持60s; 原子化2700 $^{\circ}$ C, 保持4s, 停气; 清洗2800 $^{\circ}$ C, 保持5s。

3 **试剂** 实验用水为去离子水。

3.1 肝素钠。

3.2 0.05%肝素钠溶液。

3.3 铬标准溶液: 称取0.2829g重铬酸钾(预先在120 $^{\circ}$ C干燥过的), 用水溶解, 移至1000ml容量瓶中, 稀释至刻度。此溶液为0.1mg / ml铬标准贮备液。临用前, 用水稀释成0.1 μ g / ml铬标准溶液。

4 **样品的采集、运输和保存** 将采集的静脉血置于预先加入肝素钠(1mg / 1 ml血)的具盖聚乙烯塑料管中, 充分摇匀。常温下运输, 置于冰箱(约-8 $^{\circ}$ C)中至少可保存2周。

5 分析步骤

5.1 样品处理: 将血样由冰箱中取出, 放至室温, 充分摇匀后, 取出1ml加9ml水, 混合后供测定。

5.2 标准曲线的绘制(标准加入法): 取5支具塞刻度试管, 分别加入0、0、0.08、0.16、0.24ml标准溶液, 1.00、1.00、0.92、0.84、0.76ml水, 然后, 第1管加1.0ml肝素钠溶液, 其余各管加1ml稀释血样, 配制成0、0、4、8、12 μ g / L铬标准系列。参照仪器操作条件, 将原子吸收分光光度计调至最佳测定状态。进样20 μ l, 测定标准系列各管的吸光度。各管吸光度减掉第1管吸光度为纵坐标, 铬浓度为横坐标, 绘制标准曲线。

5.3 样品测定: 将标准曲线外延, 与横坐标相交, 交点到原点的距离为血样中铬的浓度。按式(1)计算出原血样中铬的浓度。

分析大批样品时, 可采用标准加入计算法定量。即取2只具塞刻度试管中, 各加0.10ml稀释血样; 然后, 一管加入一定量的铬标准溶液(加入铬产生的吸光度应接近血样吸光度的一半), 另一管加同样体积的水; 两管补加水至2.0ml, 同时用肝素钠溶液作空白。参照仪器操作条件, 将原子吸收分光光度计调至最佳测定状态。进样20 μ l, 测定各管的吸光度。由两样品的吸光度减掉空白的吸光度, 按公式(2)计算出血样中铬的浓度。

6 计算

6.1 标准加入法按式(1)计算血样中铬的浓度:

$$C=20c \quad (1)$$

式中: C——血中铬的浓度, μ g / L; c—由标准曲线测得的浓度, μ g / L; 20—血样的稀释倍数。

6.2 标准加入计算法按式(2)计算血样中铬的浓度:

$$C = \frac{A_m}{A_m - A_o} \times c \times k \quad (2)$$

式中：C—血中铬的浓度， $\mu\text{g}/\text{L}$ ； A_m —样品加标的吸光度减去空白的吸光度； A_o —样品加水的吸光度减去空白的吸光度； c —血加标相当的血铬浓度， $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

7 说明

7.1 本法的最低检测浓度为 $0.54\mu\text{g}/\text{L}$ (按取 1ml 血样计)；测定范围为 $0\sim 120\mu\text{g}/\text{L}$ ；相对标准偏差为 $3.6\%\sim 7.3\%$ (血铬浓度为 $1.5\sim 15\mu\text{g}/\text{L}$, $n=6$)；加标回收率为 $98.3\%\sim 106.7\%$ (血铬浓度为 $3.0\sim 17.2\mu\text{g}/\text{L}$, $n=6$)。

7.2 本法的特点是样品不经消化处理，稀释后直接进样分析。依靠准确地选择样品灰化条件，清除样品基体干扰。

7.3 Cu^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Co^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Mn^{2+} 、 V^{6+} 、 Ti^{4+} 等不干扰测定。

7.4 本法由辽宁省劳动卫生职业病防治研究所宋力伟同志研制。