

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 314—2018

代替 WS/T 45—1996

血中镍的测定 石墨炉原子吸收光谱法

Determination of nickel in blood—

Graphite furnace atomic absorption spectrometry 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 45—1996《血中镍的石墨炉原子吸收光谱测定方法》。

与WS/T 45—1996相比主要技术变化如下：

——改进了样品处理方法，即选用0.1 % Triton X-100溶液作为稀释液。

本标准起草单位：深圳市职业病防治院、深圳市宝安区疾病预防控制中心、深圳市盐田区疾病预防控制中心、深圳市罗湖区疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：蔡金敏、何俊涛、负建培、尹江伟、吕海燕、叶敏。

血中镍的测定 石墨炉原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了测定血中镍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镍的测定。

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。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GBZ/T 295 职业人群生物监测方法 总则

3 原理

血液样品用0.1% Triton X-100溶液稀释后,在232.0 nm波长下,用石墨炉原子吸收光谱法测定。

4 仪器

4.1 原子吸收分光光度计,具有石墨炉、塞曼或其他背景校正装置和镍空心阴极灯。

4.2 容量瓶,50 mL,100 mL。

4.3 分析天平,感量为0.1 mg。

4.4 移液器,50 μ L、100 μ L、200 μ L、1000 μ L。

4.5 具盖塑料离心管,2 mL。

4.6 旋涡振荡器。

5 试剂

5.1 实验用水:按照 GB/T 6682 标准执行。

5.2 硝酸: $\rho_{20}=1.42$ g/mL,优级纯。

5.3 肝素钠采血管:优级纯。

5.4 硝酸溶液:5 mL 硝酸加到 95 mL 水中。

5.5 肝素钠溶液:称取 0.5 g 肝素钠,溶于水后,加水至 100 mL。

5.6 Triton X-100：分析纯。

5.7 稀释液：取 0.1 mL Triton X-100，溶于适量水中，定容至 100 mL。

5.8 镍标准溶液：采用国家认可的镍标准溶液配制。

6 样品采集、运输和保存

用肝素钠抗凝采血管采集接触镍工人的血样2mL，于室温或冷藏运输。

样品冷藏于4℃下保存，最多能保存7 d。如不具备冷藏条件，室温下保存，最多能保存3 d。

7 分析步骤

7.1 仪器操作参考条件

仪器操作参考条件见表1。

表1 仪器操作参考条件

仪器条件		石墨炉条件			
		步骤	温度 ℃	升温时间 s	停留时间 s
波长	232.0 nm	1. 干燥	室温~110	5	30
狭缝	0.2 nm	—	110~130	10	30
灯电流	25 mA	2. 灰化	130~450	10	10
进样量	20 μL	—	450~1500	10	20
载气 (氦气)	250 mL/min	3. 原子化	2300	0	5 (停气)
		4. 清洗	2500	0	5
背景校正	塞曼或其他	—	—	—	—

7.2 工作曲线的配制和测定

将镍标准溶液用稀释液逐级稀释成0.5 μg/mL镍标准应用液，取7个具盖塑料离心管，按表2配制成浓度为0 μg/L~160 μg/L的标准系列溶液，其中各管均加入100 μL正常人混合血，用稀释液补充至总体积1.00 mL，混匀后参照仪器操作条件测定。具体操作见表1。将标准系列2~7管吸光度值减去标准系列1管吸光度值后，与镍浓度(μg/L)计算回归方程。工作曲线的配制见表2。

表2 工作曲线的配制

管号	1	2	3	4	5	6	7
0.5 μg/mL镍标准应用液, mL	0	0.01	0.02	0.04	0.08	0.16	0.32
正常人血, mL	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
稀释液, mL	0.90	0.89	0.88	0.86	0.82	0.74	0.58
镍含量, μg/L	血本底值	血本底值 +5	血本底值 +10	血本底值 +20	血本底值 +40	血本底值 +80	血本底值 +160

7.3 样品处理和测定

7.3.1 样品处理

将血样由冰箱中取出,恢复至室温。将血样彻底振摇均匀后,用稀释液稀释10倍,混匀,供测定用。

7.3.2 样品空白

取肝素钠采血管,加1 mL水,使肝素钠溶解,混匀,取100 μL该肝素钠溶液,用稀释液稀释10倍,混匀,供测定用。

7.3.3 样品测定

用测定校准系列溶液的操作条件测定处理后样品和样品空白,由工作曲线或回归方程得血样和样品空白中镍的对应浓度值,再把它们相减,得处理后血样中镍的浓度。或者把血样的吸光度减去样品空白的吸光度后,除以回归方程的斜率,得处理后血样中镍的浓度。在测定前后及每测定10个~30个样品后,测定一次质控样。

8 计算

按式(1)计算血中镍的浓度。

$$X = 10c \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——血中镍的浓度,单位为微克每升(μg/L);

10 ——血样稀释倍数;

c ——处理后血样中镍的浓度(减去样品空白),单位为微克每升(μg/L)。

9 说明

9.1 本法检出限为 1.13 $\mu\text{g/L}$ ；最低检出浓度为 11.3 $\mu\text{g/L}$ （按稀释 10 倍计）；定量下限为 3.76 $\mu\text{g/L}$ ；最低定量浓度为 37.6 $\mu\text{g/L}$ （按稀释 10 倍计）；工作曲线的线性范围 1.13 $\mu\text{g/L}$ ~160 $\mu\text{g/L}$ ；相对标准偏差：RSD=1.2 %~4.3 %；血样加标回收率 98.5 %~108.0 %。

9.2 器材清洗：玻璃和塑料器皿均用 10 %硝酸溶液浸泡 12 h 左右，冲洗干净。避尘晾干后备用。

9.3 采样要求：对于接触可溶性镍盐的工人，应采集班后血，此时代表一个工作日的接触情况。采样前，工人应脱离接触现场，脱掉工作服，清洗手、脸和采样部位后，在清洁、无污染的场所进行采样。依次用 0.5%硝酸和去离子水彻底擦洗采样部位后再消毒取血，以防外来污染。采血后，应轻轻振摇，使血液与抗凝剂充分混匀，但应避免强力振摇。样品采集人员必须熟练掌握样品采集、运输及保存的知识和技术。

9.4 血镍浓度为 457 $\mu\text{g/L}$ 时，1000 $\mu\text{g/mL}$ 的钠、钾、钙、镁、铜、锰、铬、铅、锌、砷、镉、钴，500 $\mu\text{g/mL}$ 的铁、钼，100 $\mu\text{g/mL}$ 的锂、铍、锶、钡、铋、碲、钒、钼、钨对测定均不产生干扰。

9.5 如血镍浓度超出测定范围，可增加稀释倍数，但工作曲线中正常人血亦应为相同的稀释倍数。

9.6 检测过程的质量保证应按照 GBZ/T 295 的要求进行。
