

司法鉴定技术规范

SF/Z JD0107012-2011

血液中铬、镉、砷、铊和铅的测定 电感耦合等离子体质谱法

2011-03-17 发布

2011-03-17 实施

中华人民共和国司法部
司法鉴定管理局 发布

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 原理	1
4 试剂和材料	1
5 仪器	2
6 测定步骤	2
7 结果计算和表述	2
附 录 A（资料性附录） 血液中金属元素测定消解程序	4
附 录 B（资料性附录） 检测条件及方法检出限	5

前 言

本技术规范的附录A和附录B为资料性附录。

本技术规范由司法部司法鉴定科学技术研究所提出。

本技术规范由司法部司法鉴定科学技术研究所负责起草。

本技术规范主要起草人：马栋、卓先义、刘伟、卜俊、沈保华、向平、严慧。

血液中铬、镉、砷、铊和铅的测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本技术规范规定了血液中铬（Cr）、镉（Cd）、砷（As）、铊（Tl）、铅（Pb）的电感耦合等离子体质谱定量分析方法。

本技术规范适用于血液中铬（Cr）、镉（Cd）、砷（As）、铊（Tl）、铅（Pb）的电感耦合等离子体质谱定量分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本技术规范的引用而成为本技术规范的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本技术规范，然而，鼓励根据本技术规范达成协议各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本技术规范。

GA/T 122 毒物分析名词术语

3 原理

利用微波的穿透性和激活反应能力加热密闭容器内的血液样品，使血液样品有机质在短时间内被破坏，使用 ^{115}In 元素作为内标，并采用在线内标加入法将内标溶液和消解溶液一并通过蠕动泵导入电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）系统，样品在通道中进行蒸发、解离、原子化、离子化等过程后，对离子按照质荷比进行检测。

4 试剂和材料

4.1 65%浓硝酸溶液：优级纯。

4.2 5%硝酸溶液

由 65%浓硝酸加去离子水配制而成。

4.3 ICP-MS 调谐溶液

^7Li 、 ^{89}Y 、 ^{205}Tl 混合标准溶液，浓度均为 $1\mu\text{g/L}$ 。

4.4 内标储备液

^{115}In 储备液（浓度为 10mg/L ）在冰箱中冷藏保存，保存有效期为 12 个月。

4.5 内标工作液

吸取适量的内标储备液用 5%硝酸溶液配制成浓度为 $20\mu\text{g/L}$ 内标工作液。冰箱中冷藏保存，保存有效期为 3 个月。

4.6 标准混合储备液

Cr、Cd、As、Tl 和 Pb 混合标准溶液，浓度均为 10mg/L ，冰箱中冷藏保存，保存有效期为 12 个月。

4.7 标准混合工作溶液

吸取适量标准混合储备液，加 5%硝酸溶液逐级稀释得各浓度的工作溶液，冰箱冷藏保存，保存有效

期为6个月。

4.8 去离子水：电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

4.9 氩气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

4.10 样品瓶（适用于ICP-MS检测的要求）

5 仪器

5.1 电感耦合等离子体质谱仪：质量扫描范围6-260amu。

5.2 微波消解仪。

5.3 电子分析天平：感量0.1mg。

5.4 精密移液器（500 μL 、2mL）。

6 测定步骤

6.1 样品消解

精密吸取500 μL 血液样本于消解罐中，加入65%的浓硝酸溶液2mL，将消解罐装入消解装置，按照消解程序（见附录A1）进行消解。消解完成后，取出消解罐，使其降至室温（可采用冰水浴迅速降温），在通风橱内旋开消解盖，慢慢倾倒入消解溶液于样品瓶中，用少许去离子水冲洗消解罐3次，合并倒入样品瓶，加入去离子水稀释至20.0g。

6.2 样品测定

6.2.1 质谱条件

a) 载气流速：0.8-1.3L/min；

b) 补偿气流速：0-1.0L/min；

c) 等离子气流速：15L/min；

d) 辅助气流速：0-1.0L/min；

e) RF功率：1500W；

f) 反射功率： $< 20\text{W}$ ；

g) 蠕动泵转速：0.1rps。

6.2.2 制订校准曲线

以 ^{115}In 元素作为内标，采用在线内标加入法将内标溶液和标准混合工作溶液，通过蠕动泵一并导入电感耦合等离子体质谱系统进行检测。标准混合工作溶液检测完成后，以各待测元素响应值和内标元素响应值之比为纵坐标，标准混合工作溶液相应浓度值为横坐标绘制校准曲线。

6.2.3 样品测定

按6.2.2项下对6.1消解所得样品进行检测，采用内标-校准曲线法或内标-单点法，以待测元素和内标元素响应值之比计算各待测元素的浓度。用外标-校准曲线法时检材中待测元素的浓度应在线性范围内，用外标-单点法时检材中待测元素的浓度应在标准溶液浓度的 $\pm 50\%$ 内。

7 结果计算和表述

以内标-校准曲线法或按式（1）计算血液样品中铬、镉、砷、铊、铅的浓度C（ $\mu\text{g/L}$ ）。

$$C = \frac{A \times A_i' \times c}{A' \times A_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C—血液样品中待测物含量, 单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

A—血液样品中待测物的响应值;

A' —标准溶液中待测物的响应值;

A_i' —标准溶液中内标物的响应值;

A_i—血液样品中内标物的响应值;

c—标准溶液中被测物浓度, 单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)。

8 平行试验

检材应按以上步骤同时平行测定两份, 双样相对相差按公式(2)计算:

$$\text{双样相对相差 (\%)} = \frac{|C_1 - C_2|}{C} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

C₁、C₂—两份检材平行定量测定的结果;

C—两份检材平行定量测定结果的平均值 $(C_1 + C_2) / 2$ 。

平行试验中两份检材的双样相对相差不得超过 20%, 结果按两份检材浓度的平均值计算, 否则需要重新测定。

附 录 A
(资料性附录)
血液中金属元素测定消解程序

步骤	温度(°C)	压力(bar)	时间(min)	升温速率(°C/min)
1	150	25	5	5
2	160	25	9	5
3	180	30	15	5
4	100	20	10	2

附 录 B
(资料性附录)
检测条件及方法检出限

质荷比(m/z)	元素名称	积分时间 (s)	元素总积分时间 (s)	检测限($\mu\text{g/L}$)
53	Cr	0.1	0.3	0.025
75	As	0.3	0.9	0.0006
111	Cd	0.1	0.3	0.0003
205	Tl	0.1	0.3	0.00001
208	Pb	0.6	1.8	0.0007