

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 20—1996

血中铅的石墨炉原子吸收光谱测定方法

Blood—Determination of lead—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

血中铅的石墨炉原子吸收光谱测定方法

WS/T 20—1996

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

1 主题内容与适用范围

本标准规定了血中铅的石墨炉原子吸收光谱测定方法。本方法最低检测浓度为 $3 \mu\text{g/L}$ 。
本标准适用于正常人和接触铅的工人血中铅的测定。

2 原理

血样用 Triton X-100 作基体改进剂,溶血后用硝酸处理,在 283.3 nm 波长下用石墨炉原子吸收光谱法测定铅的含量。

3 仪器

- 3.1 原子吸收分光光度计。
- 3.2 铅空心阴极灯。
- 3.3 自动进样装置。
- 3.4 石墨杯。
- 3.5 聚乙烯加盖离心管。
- 3.6 容量瓶, 25 mL 。
- 3.7 微量取液器。
- 3.8 所用容量器皿均用 $1+3$ 硝酸浸泡过夜,冲洗干净,晾干后备用。

4 试剂

本标准所用试剂除另有说明外,均为分析纯试剂。

- 4.1 实验用水:为亚沸蒸馏水或去离子水。
- 4.2 硝酸,优级纯 $\rho_{20}=1.42 \text{ g/mL}$ 。
- 4.3 硝酸铅,优级纯或金属铅,光谱纯。
- 4.4 硝酸溶液 $1\%(V/V)$ 。
- 4.5 硝酸溶液 $0.1\%(V/V)$ 。
- 4.6 肝素钠溶液, 5 g/L 。
- 4.7 Triton X-100 溶液, $0.1\%(V/V)$ 。
- 4.8 铅标准溶液
 - 4.8.1 铅标准储备液:购买国家级铅标准储备液 ($1 \text{ mL}=1 \text{ mg}$ 铅)或称取 0.100 g 金属铅,溶于 1.0 mL 硝酸(4.2),加水稀释到 100 mL ,此溶液 $1 \text{ mL}=1 \text{ mg}$ 铅。或称取 0.1598 g 硝酸铅(105°C 干燥 2 h)用 1 mol/L 硝酸溶解并稀释至 100 mL ,此溶液 $1 \text{ mL}=1 \text{ mg}$ 铅。存于聚乙烯塑料瓶中。

4.8.2 铅标准应用液:临用前用硝酸溶液(4.5)逐级稀释成 1 mL=0.4 μg 铅的中间液,然后用 Triton X-100 溶液稀释成 1 mL=0.1 μg 铅(应用液 I)和 1 mL=0.2 μg 铅(应用液 II)的标准应用液。

4.9 质控样:用标准血样、接触者混合血样或加标的正常人混合血样作质控样。

5 采样、运输和保存

可选用下述两种方式:

5.1 常规采集耳垂或手指血(严格控制污染和组织液稀释,去掉第一滴):

用微量取液器(3.7)抽取血样 40 μL,置于盛有 0.32 mL Triton X-100 溶液(4.7)的带盖离心管中,充分振摇,然后加入 40 μL 硝酸溶液(4.4),混匀。冰瓶运输,4℃下至少可保存 5 d。

5.2 早晨空腹采集静脉血,置入事先加好肝素钠溶液(4.6,用量为每毫升血 20~40 μL)的管中混匀。冰瓶运输,于 4℃下可保存三周。

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整到最佳测定状态。

波长 283.3 nm	干燥	70~110℃	70 s
狭缝 1.3 nm	灰化	400~500℃	30 s 保持 10 s
灯电流 7.5 mA	原子化	2 400℃	7 s
载气 Ar 150 mL/min	清洗	2 500℃	3 s
背景校正			

6.2 空白试验

取 0.36 mL Triton X-100 溶液(4.7),加入 0.04 mL 硝酸溶液(4.4),混匀,与样品同时进行测定。

6.3 标准曲线的绘制

6.3.1 取 7 个带盖离心管,按下表配制标准管。

血铅标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5	6
铅标准应用液(I),mL	0	0.02	0.04	0.08	0.16	0.32	0
铅标准应用液(II),mL	0	0	0	0	0	0	0.20
Triton X-100,mL	0.32	0.30	0.28	0.24	0.16	0	0.12
正常人血,mL	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04
铅含量,μg/L	0	5	10	20	40	80	100

6.3.2 各管加 0.04 mL 硝酸溶液(4.4),混匀。按 6.1 条的条件测定吸光度值。

6.3.3 以 1~6 号管的吸光度值减去 0 号管的吸光度值为纵坐标,加入标准铅含量为横坐标,绘制标准曲线。

6.4 样品测定

6.4.1 将盛有稀释血样(5.1)的带盖离心管和试剂空白按 6.1 条的条件测定吸光度值。

6.4.2 或将抗凝的静脉血(5.2)由冰瓶中取出,放至室温,振摇均匀,取 40 μL,按 5.1 条稀释后,进样 10 μL,按 6.1 的条件测定吸光度值。

6.4.3 样品的吸光度值减去试剂空白的吸光度值,由标准曲线查得的浓度即为稀释血样中铅的浓度。

6.4.4 在测定前后及每测 10 个样品后测定一次质控样。

7 计算

按下式计算血铅浓度。

$$X = 10c$$

式中： X ——血中铅的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 c ——由标准曲线查得的铅浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
10——稀释倍数。

8 说明

- 8.1 本法的最低检测浓度 $3 \mu\text{g/L}$ ；精密度 $CV=3.7\% \sim 5.0\%$ （血铅浓度 $109 \sim 800 \mu\text{g/L}$ ， $n=6$ ）；血样加标回收率 $95.1\% \sim 103.2\%$ （加标浓度 $10 \sim 40 \mu\text{g/L}$ ）；血铅标准样测定符合率 99.1% 。
- 8.2 血样采集时间不限。采血时必须离开作业场所，局部采血前顺次用肥皂、稀硝酸擦洗，用酒精消毒。
- 8.3 在测定过程中，干燥、灰化温度和时间的选择很重要，要防止样品的飞溅。每只石墨管的阻值不同，更换石墨管后需重新作标准曲线。
- 8.4 共存物的干扰及去除，血中三倍于正常值的 NaCl 、 K^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和三倍治疗量的 EDTA 对测定无影响。用标准加入法分析可以消除基体的干扰。
- 8.5 如血样含铅量超出测定范围，可增加稀释倍数。
- 8.6 质控样用标准血样时可考察准确度和精密度，用接触者血或正常人血时可考察精密度。

附加说明：

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由沈阳市劳动卫生职业病研究所负责起草。

本标准主要起草人崔玉清。

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。