

尿中铅的石墨炉原子吸收光谱法

WS / T 18-1996

1 **原理** 尿样加基体改进剂后,在283.3nm波长下,直接用石墨炉原子吸收光谱法测定铅含量。

2 仪器

2.1 具盖聚乙烯塑料瓶, 500ml。

2.2 尿比重计。

2.3 具塞塑料管, 5ml。

2.4 具塞比色管, 10ml。

2.5 微量加样器, 1000 μ l。

2.6 具塞塑料离心管, 1.5ml。

2.7 液体混旋器。

2.8 原子吸收分光光度计, 具石墨炉、背景校正和铅空心阴极灯。仪器操作条件: 干燥80~120 $^{\circ}$ C, 30s, 120~200 $^{\circ}$ C, 20s; 灰化800~1200 $^{\circ}$ C, 35s; 原子化2500 $^{\circ}$ C, 5s, 停气; 清除2700 $^{\circ}$ C, 2s。

3 **试剂** 实验用水为去离子水。

3.1 硝酸, 优级纯。

3.2 硝酸溶液, 1% (V / V)。

3.3 基体改进剂: 称取0.33g氯化钡(优级纯), 加微热溶于10ml硝酸中, 摇匀, 用水稀释至500ml。贮存于棕色试剂瓶中, 置于冰箱内可避光保存半年。

3.4 铅标准溶液: 称取0.1000g金属铅, 溶于1ml硝酸中, 加水稀释至100ml; 或称取0.1599g硝酸铅(优级纯, 100 $^{\circ}$ C干燥2h), 用1% (V / V) 硝酸溶液溶解并稀释至100ml。此溶液为1mg / ml铅标准贮备液。贮存于聚乙烯塑料瓶中, 冰箱内保存。临用前, 用1% (v / v) 硝酸溶液逐级稀释成1.0 μ g / ml铅标准溶液。或用国家认可的铅标准溶液配制。

4 **样品的采集、运输和保存** 用具盖聚乙烯塑料瓶收集一次尿样约100ml。尽快测量比重后, 取5ml尿样置于具塞塑料管中, 加0.05ml硝酸, 混匀。在室温下尽快运输。置于冰箱内可保存2周。

5 分析步骤

5.1 样品处理: 将酸化的尿样从冰箱中取出, 放置恢复到室温后, 充分摇匀。测定非职业铅接触者尿铅时, 吸取尿样0.4ml于具塞塑料离心管中, 加入0.4ml的基体改进剂, 充分混匀。测定职业铅接触者尿铅时, 若尿铅浓度超过本法测定范围的上限, 尿样需要稀释3倍或3倍以上。当尿样稀释3倍时, 则以1+2+3=尿+硝酸溶液+基体改进剂的倍数稀释; 通常取0.15ml尿样, 加入0.3ml硝酸溶液, 0.45ml基体改进剂, 混匀。当尿样稀释3倍以上(N倍)时, 则以1+N+(1+N)=尿+硝酸溶液+基体改进剂的倍数稀释。

5.2 标准曲线的绘制: 取7只具塞比色管, 分别加入0.0、0.05、0.10、0.20、0.40、0.80、1.2ml, 各加基体改进剂至10.0ml, 配制成0、5、10、20、40、80、120 μ g / L铅标准系列。测定非职业铅接触者尿铅时, 分别取上述各管溶液0.4ml, 再加入0.4ml正常人混合尿样。测定职业铅接触者尿铅时, 分别取上述各管溶液0.45ml, 再加0.15ml正常人混合尿, 0.30ml硝酸溶液, 混匀。参照仪器操作条件, 将原子吸收分光光度计调整到最佳测定状态。进样10 μ l, 测定各标准管的吸光度; 从2~7号管的吸光度值中减去第1号管的吸光度值后。以吸光度对铅浓度(μ g / L)绘制标

准曲线。

5.3 样品测定：用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和试剂空白溶液；由样品的吸光度值减去试剂空白的吸光度值；由标准曲线得稀释尿样中铅的浓度（ $\mu\text{g/L}$ ）。

6. 计算 按式(1)计算尿样的铅浓度：

$$C=c \times F \times k \quad (1)$$

式中：C——尿中铅的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；c——由标准曲线得的稀释尿样中铅的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；F—尿样稀释倍数；K—尿样换算成标准比重(1.020)下的浓度校正系数。

7 说明

7.1 本法的最低检出浓度为 $2.0\mu\text{g/L}$ ；测定范围为 $2\sim 120\mu\text{g/L}$ ；批间精密度为 $6.6\%\sim 7.3\%$ （尿铅浓度为 $23.7\sim 51.6\mu\text{g/L}$, $n=6$ ），批内精密度为 $3.6\%\sim 6.2\%$ （尿铅浓度为 $28.0\sim 66.3\mu\text{g/L}$, $n=6$ ）；加标回收率为 104.1% （尿铅浓度为 $7.1\sim 12.6\mu\text{g/L}$ ）。

7.2 本法所用的基体改进剂中的氯化钡与铅形成稳定的络合物，铅不易在灰化过程中损失，因此灰化温度可以提高到 $800\sim 1200^\circ\text{C}$ ，在此温度下，尿样中的大部分干扰成分被清除。

7.3 当尿中硫酸根、 Na^+ 和 Cl^- 浓度为 5.0mg/ml ， K^+ 、 Ca^{2+} 和 g^{2+} 离子浓度为 2.5mg/ml ，对铅测定无干扰。

7.4 本法由中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所唐瑾和汤晓勇等同志研制。