

尿中铅的双硫腙分光光度法

WS / T 17—1996

1 **原理** 尿样经混合消化液消解后，在pH8.5~11.0下用双硫腙络合铅，生成可以溶于氯仿的红色络合物，于波长510nm处比色定量。

2 仪器

2.1 聚乙烯塑料瓶，100ml。

2.2 尿比重计。

2.3 锥形瓶，250ml。

2.4 电热板。

2.5 分液漏斗，60ml。

2.6 定量加液器，10ml。

2.7 分光光度计。

3 **试剂** 实验用水为去离子水。

3.1 硝酸溶液，1% (V / V)。

3.2 混合消化液：将硝酸、高氯酸、硫酸（均为优级纯）和钼酸铵溶液（5g / L）按10+2+1+1的比例混合。

3.3 缓冲液：取10g无水亚硫酸钠、250g柠檬酸三铵、300ml氨水和100ml 100g / L氰化钾溶液，用水溶解，并稀释至1L（若长时间放置，氰化钾可不加入。分析样品时另加1ml 100g / L氰化钾）。

3.4 洗除液：将20g无水亚硫酸钠溶于水，加入60ml 100g / L氰化钾溶液和150ml氨水，用水稀释至1L。

3.5 双硫腙氯仿溶液。

3.5.1 贮备液：准确称取经纯化的双硫腙固体0.0160g，溶于氯仿，转移至100ml容量瓶中，稀释至刻度，此溶液浓度为0.160g / L。在冰箱中保存，至少可使用2个月。

3.5.2 应用液：将贮备液用氯仿稀释10倍，置于棕色瓶中。用10mm比色杯，以氯仿为参比，在510nm波长处测得的透光度约为40%。于冰箱内可稳定1周。

3.6 酚红指示剂，0.04%。

3.7 铅标准溶液：称取0.1598g硝酸铅（预先在105℃干燥2h）于烧杯中，用水溶解。定量移入100ml容量瓶中，加1ml硝酸，用水稀释至刻度。此液为1.00mg / ml铅标准贮备液。临用前，用硝酸溶液逐级稀释成2.0 μg / ml铅标准溶液。

4 **样品的采集、运输和保存** 收集一次尿样，至少50ml，于聚乙烯瓶中，测定比重，常温下带回实验室。如不能立即检测，按每100ml尿样加1ml硝酸防腐，在4℃冰箱中可以保存2周。

5 分析步骤

5.1 样品处理：将尿样彻底混匀，取25ml于锥形瓶中，同时取25ml水作试剂空白。加入7ml混合消化液，混匀。在电热板上消化至无色透明（或有白色沉淀物），取下稍冷，趁温热加入20ml 1%硝酸，溶解残渣，并转移入分液漏斗中，供测定。

5.2 标准曲线的绘制：取7个分液漏斗，分别加入0.0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、7.50ml标准溶液，各加硝酸溶液至20ml，配制成0、2.0、4.0、6.0、8.0、

10.0、15.0 μ g铅标准系列。向各分液漏斗中加入1滴酚红指示剂，用氨水调至溶液呈红色。然后加入10ml缓冲液，充分摇匀，冷至室温。加入5ml双硫脲氯仿应用液，振摇100次，静置分层，抽弃水相。加入10ml洗除液，摇50次。分层，抽去水相，重复洗涤1次。将氯仿层经脱脂棉过滤到10mm比色杯中，于510nm波长处以氯仿为参比，测量吸光度。以铅的含量(μ g)对吸光度(扣除试剂空白)作图，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；测得的样品吸光度值减去试剂空白吸光度值后，由标准曲线得铅的含量。

6 计算 按式(1)计算尿样中铅的浓度：

$$C = \frac{m}{V} \times k \quad (1)$$

式中：C—尿中铅的浓度，mg/L；m—由标准曲线查得的铅的含量， μ g；V—测定时所取尿样体积，ml；k—尿样换算成标准比重下的浓度校正系数。

7 说明

7.1 本法的最低检测浓度为0.012mg/L(按取25ml尿样计)。相对标准偏差为1.4%~4.1%(铅含量为2~15 μ g, n=6)；接触者尿样加标回收率为93.4%~101.7%(加标量为1.4~5.0 μ g, n=6)。

7.2 1L尿样中下列化合物存在的量不干扰测定：Zn 12.0mg、Al 8.0mg、Se 1.0mg、As 2.4mg、Cr 1.0mg、Sn 1.0mg、Cu 0.6mg、Cd 0.32mg、Ni 0.24mg、Mn 0.20mg、V 0.20mg、Hg 0.10mg、Mg 400mg、Tl 0.40mg、Fe 20mg。

7.3 经消化或不经消化操作，所配制的标准曲线是一致的，所以制备标准曲线时可不经消化，直接测定。

7.4 双硫脲及其他试剂应做质量检查。

7.4.1 双硫脲的检查：取双硫脲贮备液稀释1倍，置于冰箱中1天后应保持绿色。

7.4.2 缓冲液(不含氰化钾)，氰化钾溶液(100g/L)和钼酸铵溶液(5g/L)的检查：取缓冲液10ml；氰化钾溶液2ml+缓冲液10ml；钼酸铵溶液1ml+氰化钾溶液1ml+缓冲液10ml。各溶液分别加入1滴酚红指示剂，再加5ml双硫脲贮备液，振摇10次，氯仿层应为绿色。

7.5 本法由上海市劳动卫生职业病防治研究所唐春元等同志研制。