

血中铅的微分电位溶出法

WS / T 21—1996

1 原理 在酸性介质中，在选定的电位上，将 Pb^{2+} 和 Hg^{2+} 一起电沉积在预镀汞膜的玻碳电极上。然后断开恒电位电路，靠 Hg^{2+} 使沉积在电极上的铅汞齐中的铅重新溶脱下来，以 $(dt / dE) - E$ 曲线进行定量测定。

2 仪器

2.1 具塞试管，5ml。

2.2 电解池，10ml烧杯。

2.3 微分电位溶出仪。配备旋转玻碳电极，饱和甘汞电极和铂电极。

仪器操作条件	镀汞	测定
电解电位(V)	-1.2	-1.2
电解时间(s)	90	90
搅拌时间(s)	60	60
上限电位(v)	-0.8	-0.8
下限电位(v)	-0.2	-0.2
电极转速(r / min)	2000	2000

电极处理及预镀汞膜：将玻碳电极表面在氧化铈粉水浆液中旋转抛光，然后依次用氨水、无水乙醇和水冲洗，用滤纸擦干。插入镀汞液中，使用三电极系统，按上述的条件镀汞，重复3次，洗净后备用。

3 试剂 实验用水为去离子水。

3.1 硝酸，优级纯。

3.2 氨水。

3.3 盐酸溶液，1+9。

3.4 氯化汞溶液，0.01mol / L：称取2.7g氯化汞($HgCl_2$)，溶于2ml 1+1硝酸溶液中，用水稀释至1000ml。

3.5 镀汞液：取2ml氯化汞溶液，用水稀释至100ml。

3.6 无水乙醇。

3.7 肝素钠，生化试剂。

3.8 铅标准溶液：称取0.1598g硝酸铅 $[Pb(NO_3)_2]$ ，优级纯，105℃下干燥2h]，加水溶解，定量移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度。此溶液为0.1mg / ml。临用前，用1+99硝酸溶液稀释成10 μ g/ml和1 μ g / ml铅的两个标准溶液。

4 样品的采集、运输和保存

4.1 取耳血50 μ l，置于盛有4ml水的10ml小烧杯中，混匀。

4.2 采静脉血，置于预先加入肝素钠(每毫升加150 μ g肝素钠)的具塞试管内，充分混合。于冰瓶内运输。4℃下可保存1周。

5 分析步骤

5.1 样品处理：取已经加水的末梢血样或取静脉血样置于盛有4ml水的10ml烧杯中，加50 μ l氯化汞溶液，1.0ml 1+9盐酸溶液。同时以水代替样品，作试剂空白。

5.2 标准曲线的绘制：于10ml烧杯中，加入50 μ l氯化汞溶液、4.0ml水和1.0ml 1+9盐酸溶液。插入三电极后，按上述的条件进行富集-溶出，记录峰高值。然后连续5次加

入 $1\mu\text{g}/\text{ml}$ 铅标准溶液，每次 $10\mu\text{l}$ 。每加一次标液后，进行富集-溶出，分别记录溶出峰高。即以溶出峰的前脚与后脚之间作切线，再以峰顶为中心，向下作垂线与切线相交，以峰顶与交点的高度为峰高。然后以峰高为纵坐标，加入铅的量为横坐标，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；然后连续加入与血样铅含量相近的铅标准溶液2次，每加一次后进行富集，溶出，分别记录溶出峰高。从样品的峰高减去空白的峰高，用两者之差对加入标准的量绘制标准加入曲线，使曲线外延与横坐标相交。交点到原点的距离即为血中铅的量。铅的溶出电位为 -0.4V 。

6 计算 按式(1)计算血中铅的浓度：

$$C=c\times\frac{5}{V}\times 1000 \quad (1)$$

式中：C——血中铅的浓度， $\mu\text{g}/\text{L}$ ；c——从标准加入曲线上得出的样品中铅的浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；V——分析时所取样品体积，ml。

7 说明

7.1 本法最低检测浓度为 $0.9\mu\text{g}/\text{L}$ （试剂空白值标准差的3倍）；线性范围： $0\sim 10\mu\text{g}/\text{L}$ ；相对标准偏差为 $4.3\%\sim 7.8\%$ （血铅浓度 $25\sim 62\mu\text{g}/\text{L}$ ， $n=6$ ）；血样加标回收率为 $97.3\%\sim 107.3\%$ 。

7.2 本法的特点是当试样中含有大量有机物和电活性物质时，也不影响测定；络合态铅在酸性下能完全解离。由于预镀汞膜为厚膜，解决了重现性差的问题。

7.3 电极镀汞一次一般可以用4h。如溶出峰不正常，可重新镀汞。电极沾污时，可用氧化铈粉浆更新抛光。

7.4 本法由辽宁省劳动卫生职业病防治研究所周键英等同志研制。