

中华人民共和国卫生行业标准

血中铅、镉的石墨炉原子 吸收光谱测定方法

WS/T 174—1999

Blood—Determination of lead and cadmium—Graphite
furnace atomic absorption spectrophotometric method

1 范围

本标准规定了血中铅、镉浓度的石墨炉原子吸收光谱测定方法。
本标准适用于血中铅、镉浓度的测定。

2 原理

用酸脱去血液中的蛋白,离心后取上清液直接进样。分别在波长为 283.3 nm(铅)、228.8 nm(镉)下,用石墨炉原子吸收光谱法测定铅、镉的含量。

3 仪器

- 3.1 具塞塑料管:2 mL。
- 3.2 具塞试管:5 mL。
- 3.3 具塞塑料离心管:1.5 mL。
- 3.4 旋涡混合器。
- 3.5 离心机:12 000 r/min。
- 3.6 微量加液器:200 μ L。
- 3.7 容量瓶:50 mL。
- 3.8 原子吸收分光光度计:具石墨炉原子化器和背景校正装置。
- 3.9 铅空心阴极灯及镉空心阴极灯。

所用器皿均用 1+3 硝酸溶液浸泡过夜,用水冲洗干净,晾干后备用。

4 试剂

- 4.1 实验用水:去离子水或用石英亚沸蒸馏水。
- 4.2 肝素钠溶液:5 g/L。
- 4.3 硝酸溶液:1%(V/V)。
- 4.4 硝酸溶液:5%(V/V)。
- 4.5 牛血:肝素抗凝,−20℃保存,用时放置室温摇匀。
- 4.6 铅、镉标准溶液。
 - 4.6.1 铅标准储备液:国家标准物质级 GBW 08619 铅标准溶液。或按下法配制:称取 0.159 9 g 硝酸铅(优级纯,于 100℃干燥 2 h),用硝酸溶液(4.3)溶解并稀释至 100 mL。此溶液 1.0 mg/mL 铅,存于聚乙烯瓶中,冰箱内保存。

中华人民共和国卫生部 1999-12-19 批准

2000-05-01 实施

WS/T 174—1999

4.6.2 镉标准储备液:国家标准物质 GBW 08612 镉标准液。或按下法配制:称取 0.100 0 g 光谱纯金属镉,用硝酸溶液(4.3)溶解并稀释至 100 mL。此溶液镉浓度为 1.0 mg/mL,稀释成 100 $\mu\text{g/mL}$ 镉标准溶液,存于聚乙烯瓶中,冰箱内保存。

4.6.3 铅、镉混合标准溶液:取 5 mL 铅标准储备液和 1 mL 镉标准储备液于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.3)稀释至刻度,此溶液铅、镉浓度分别为 50 $\mu\text{g/mL}$ 、1 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.7 质控样:国家一级标准物质血铅及镉。

5 采样、运输和保存

采集静脉血:置于事先加入肝素钠溶液(用量为每毫升血加 20~40 μL)具塞塑料管中,充分振摇,冰冻运输。冰箱内保存;如在一个月内不能分析,需在冷冻室保存。

6 分析步骤

6.1 仪器操作条件

参照表 1 仪器操作条件,将原子吸收分光光度计调节到最佳状态,见表 1。

表 1 仪器操作条件

元素	波长 nm	狭缝 nm	灯电流 mA	载气氦 mL/min	干燥		灰化		原子化		清洗	
					$^{\circ}\text{C}$	s	$^{\circ}\text{C}$	s	$^{\circ}\text{C}$	s	$^{\circ}\text{C}$	s
Pb	283.3	1.3	7.5	200	80~200	55	600~650	20	2 600	5	2 800	3
Cd	228.3	1.3	7.5		80~160	35	500~500	20	2 000	5	2 500	3

6.2 空白试验

取 0.75 mL 硝酸溶液(4.4)与样品同时进行测定。

6.3 标准曲线的绘制

取 6 个容量瓶(3.7)按表 2 制备标准应用液,按表 3 制备铅、镉的血标准系列。

表 2 铅、镉混合标准应用液的配制

管号	0	1	2	3	4	5
铅、镉混合标准溶液, mL	0	1.25	2.50	5.00	10.00	12.50
1%(V/V)硝酸, mL	50	48.75	47.50	45.00	40.00	37.50
铅浓度, $\mu\text{g/mL}$	0	1.25	2.5	5.0	10.0	12.5
镉浓度, $\mu\text{g/mL}$	0	0.025	0.05	0.10	0.20	0.25

表 3 铅、镉的血标准系列

管号	0	1	2	3	4	5
铅、镉标准应用液, mL	0	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
1%(V/V)硝酸, mL	0.2					
牛血, mL	4.8	4.8	4.8	4.8	4.8	4.8
铅的含量, $\mu\text{g/L}$	0	50	100	200	400	500
镉的含量, $\mu\text{g/L}$	0	1	2	4	8	10

WS/T 174—1999

分别取出 0.15 mL 于具塞塑料离心管中,加入 0.6 mL 硝酸溶液(4.4),立即盖紧盖子剧烈振摇后,在旋涡混合器上振摇 15 s。静置 15 min,离心 5 min。取 10 μ L 上清液进样,测定标准系列的吸光度。从 1~5 号管的吸光度减去零号管的吸光度。以吸光度对铅、镉的浓度(μ g/L)绘制标准曲线。

6.4 样品测定

样品溶液和试剂空白放至室温,摇匀。各取 0.15 mL 置于具塞塑料离心管中,加入 0.6 mL 硝酸溶液(4.4),以下操作同标准曲线。样品的吸光度值减去试剂空白的吸光度值后,由标准曲线查出血样中铅或镉的浓度(μ g/L)。

7 计算

$$C = cF$$

式中: C ——血中铅、镉的浓度, μ g/L;

c ——由标准曲线查得的稀释血样中铅或镉的浓度, μ g/L;

F ——稀释倍数,按本法操作时,稀释倍数为 1。

8 说明

8.1 本法的检出限:铅为 5 μ g/L,镉为 0.2 μ g/L;相对标准偏差:血铅为 3.3%~5.5%(血铅浓度 122~393 μ g/L $n=6$),血镉为 2.2%~8.7%(血镉浓度 1.07~8.90 μ g/L $n=6$)。

8.2 血样采集时间不限。采血时必须离开作业场所,采样前对采样部位顺次用肥皂、清水、稀硝酸擦洗,用酒精消毒。

8.3 用标准加入法,可消除基体的干扰。

8.4 在测定过程中,干燥、灰化温度和时间的选择很重要,并要防止样品的飞溅。每支石墨管的电阻值不同,更换石墨管后需重新制作标准曲线。