

中华人民共和国卫生行业标准

血中铅的示波极谱测定方法

WS/T 108—1999

Blood—Determination of lead—Oscillo-polarographic method

1 范围

本标准规定了示波极谱测定血中铅浓度的方法。

本标准适用于接触铅作业的工人和铅吸收或铅中毒驱铅治疗病人血中铅浓度的测定。

2 原理

血样经硝酸-高氯酸-盐酸破坏有机物质后,铅以离子形式存在。在底液中 Pb^{2+} 与 I^- 形成 PbI_2^- 络离子被吸附在滴汞电极上还原成新生态的铅,新生态的铅迅速被反应层中的四价钒氧化成 Pb^{2+} ,形成平行于电极反应的化学反应,产生吸附催化峰电流,峰电流的大小与待测液中铅离子的浓度成正比,据此测定血中铅的浓度。

3 仪器

- 3.1 聚乙烯具塞试管,10 mL。
- 3.2 可调定量加液器,1 mL。
- 3.3 锥形瓶,50 mL。
- 3.4 示波极谱仪。滴汞电极、饱和甘汞电极、铂电极。

4 试剂

- 4.1 所用试剂除另有说明外,其余均为分析纯级,实验用水均为交换水再重蒸一次。
- 4.2 6 g/L 肝素钠溶液。
- 4.3 硝酸, $\rho_{20} = 1.42$ g/mL,优级纯。
- 4.4 高氯酸, $\rho_{20} = 1.67$ g/mL,优级纯。
- 4.5 盐酸, $\rho_{20} = 1.19$ g/mL,优级纯。
- 4.6 混合酸:硝酸:高氯酸=5:1。
- 4.7 盐酸溶液,4 mol/L。
- 4.8 碘化钾溶液,3 mol/L。
- 4.9 钒(IV)溶液,0.1 mol/L:称取 11.3 g 偏钒酸铵溶于约 400 mL 水中,加热溶解,冷却后缓慢加入 50 mL 盐酸(1+1),搅拌下加入 100 g/L 抗坏血酸 90 mL,冷却后定容至 1 L。
- 4.10 6% (V/V)乙醇溶液。
- 4.11 1.0 g/L 抗坏血酸溶液。
- 4.12 底液:取盐酸(4.7)1 mL,碘化钾(4.8)2 mL,钒(V)(4.9)2 mL,乙醇(4.10)20 mL,抗坏血酸(4.11)2 mL,用水稀释至 100 mL,摇匀。此底液至少可稳定一周。
- 4.13 铅标准溶液

WS/T 108—1999

- 4.13.1 标准贮备液:1 mL=1 000 $\mu\text{g Pb}^{2+}$ (国家一级标准物质,国家标准物质研究中心提供)。
4.13.2 标准使用液:将标准贮备液逐级稀释配成浓度为1 $\mu\text{g/mL}$ 。

5 采样

采集被检者静脉血1 mL,置于加肝素钠溶液40 μL 的烘干聚乙烯试管中,充分摇匀。血样放4℃冰箱中保存。血样至少可稳定两周。

6 分析步骤

6.1 样品处理

准确取0.2 mL充分摇匀的血样于加有2 mL水的锥形瓶中。加2 mL混合酸(4.6),0.5 mL盐酸(4.5)摇匀,于电热板上消化,开始时温度稍低,当硝酸分解完后,瓶内出现白烟时,可升高温度至瓶底出现白色盐类,瓶口不冒白烟为止。同时作试剂空白。冷却后各加底液(4.12)3 mL溶解残渣,转入电解杯中待测。

6.2 标准曲线的绘制

取六个10 mL比色管,按表1配制标准管。

表1 铅标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
标准溶液, mL	0.00	0.02	0.05	0.10	0.50	1.00
底 液, mL	3.00	2.98	2.95	2.90	2.50	2.00
铅的浓度, $\mu\text{g}/3\text{ mL}$	0.0	0.02	0.05	0.10	0.50	1.00

测定时仪器条件:三电极系统,电流倍率自选,二阶导数扫描。将比色管中标准液摇匀,转入电解杯中,于峰电位-0.54 V处读取各管峰高值(格),每个浓度测定3次,求平均值,以峰电流(电流倍率×峰高值)均值为纵坐标,铅的浓度($\mu\text{g}/3\text{ mL}$)为横坐标,绘制标准曲线。

6.3 测定

在标准曲线测定的同样条件下,测定样品和试剂空白的峰高值;以测得的样品的峰电流(电流倍率×峰高值)减去试剂空白的峰电流值后,由标准曲线查得铅的浓度($\mu\text{g}/3\text{ mL}$)。

7 计算

按下式计算血中铅的浓度。

$$C = \frac{c \times v}{V} \times 1000$$

式中: C——血中铅的浓度, $\mu\text{g/L}$;

c——由标准曲线上查得铅的浓度, $\mu\text{g}/3\text{ mL}$;

v——样品处理后加底液的体积, mL;

V——取样体积, mL。

8 说明

8.1 本法的检出限为0.0105 $\mu\text{g}/3\text{ mL}$;最低检出浓度为52 $\mu\text{g/L}$ (取样体积为0.2 mL);线性范围:铅浓度在0~1.0 $\mu\text{g}/3\text{ mL}$ 范围内与峰电流(μA)有良好的线性关系, $r \geq 0.999$ 。相对标准偏差为3.6%~7.0%。

8.2 采样时应防止污染,因此收集血样的聚乙烯试管应用10%(V/V)稀硝酸浸泡24 h并清洗干净备用;消化样品用的锥形瓶,用前加入稀硝酸(1+10)10 mL加3粒波珠煮沸约剩余2 mL溶液时,取下冷

WS/T 108—1999

却。用水冲洗干净备用；样品的稳定性试验：取门诊病人血样 3 份于盛有抗凝剂的塑料瓶内，充分混匀，存放于普通冰箱中，于当天、3 天、7 天、14 天各取 6 份，按样品处理进行测定，其值与当天均值比较，相对偏差分别为 10.0%、4.4%、1.9%，相对偏差均在 10% 以内，认为血样可存放在普通冰箱(4℃)内至少可稳定两周。

8.3 共存物干扰及其排除

主要干扰物质是 As^{3+} 和 Sn^{2+} ，它们的存在都使铅峰增加，影响铅峰的测量。因此在消化样品时加入盐酸，使 As^{3+} 和 Sn^{2+} 生成易挥发的 AsCl_3 (bp=130.2℃) 和 SnCl_4 (bp=114℃) 除去。所以，消化样品时以瓶口无白烟，瓶内无酸液，残渣白色为宜，否则影响测定结果。