

# 简便快速测定尿铅的石墨炉原子吸收法

郭瑞娣

(江苏省疾病预防控制中心, 江苏 南京 210009)

中图分类号: O 657. 31

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2007)06-0057-02

铅是一种广泛存在于生活环境中的有毒重金属,能引起几乎所有器官系统的功能紊乱,尤其是神经系统。铅的浓度与机体铅的吸收、排出、分布处于平衡状态,尿能直接反映近期人体吸收铅的量,是目前被认为较好反映的接触监测指标。已见报道的尿铅测定方法<sup>[1-3]</sup>中,石墨炉原子吸收法具有操作简便、灵敏度高、取样量少、尿样不需要消化等特点<sup>[4-5]</sup>。今对石墨炉原子吸收法测定尿铅所用的基体改进剂及添加步骤作进一步探讨,测定结果的精密度和准确度均良好。

## 1 试验

### 1.1 主要仪器与试剂

PE 800 型原子吸收分光光度计,美国 PE 公司;铅无极放电灯;尿比重计;旋涡混合器;10 mL 具塞比色管;200 mL 具盖聚乙烯塑料瓶;微量加样器。

1 000 mg/L 铅标准储备液 (GBW 08619);1 mg/L 铅标准使用液:用 1% 硝酸溶液将铅标准储备液逐级稀释而成;基体改进剂:称取 0.33 g 氯化钡(优级纯),加微热溶于 10 mL 硝酸中,摇匀,用水稀释至 500 mL,存于棕色试剂瓶中,置冰箱内可避光保存半年;硝酸,优级纯。

### 1.2 样品采集、运输和保存

用具盖聚乙烯塑料瓶收集一次尿样 100 mL 以上,尽快测定相对密度后,取 5 mL 置于具塞塑料管中,加 0.05 mL 硝酸混匀,在室温下尽快运输,置冰箱内可保存 2 周。

### 1.3 样品处理

将酸化的尿样从冰箱中取出,放置恢复至室温后,充分摇匀。测定非职业铅接触者尿铅时,吸取尿样 0.4 mL 于具塞塑料离心管中,加入 0.4 mL 基体改进剂,充分摇匀;测定职业铅接触者尿铅时,若尿铅浓度超过方法测定上限,则需将尿样稀释 3 倍

或 3 倍以上。当尿样稀释 3 倍时,按  $V(\text{尿}):V(\text{硝酸}):V(\text{基体改进剂}) = 1:2:3$  的比例稀释,通常取 0.15 mL 尿样,加入 0.3 mL 硝酸和 0.45 mL 基体改进剂混匀;当尿样稀释 3 倍以上 ( $N$  倍)时,按  $V(\text{尿}):V(\text{硝酸}):V(\text{基体改进剂}) = 1:N:(1+N)$  的比例稀释。

### 1.4 仪器操作条件

波长 283.3 nm;灯电流 10 mA;狭缝 0.7 nm;载气 Ar;测量方式为标准曲线法;以峰高计算;塞曼效应扣背景。石墨炉升温程序:干燥温度 70 °C ~ 120 °C,时间 70 s;灰化温度 950 °C,时间 10 s;原子化温度 2 400 °C,时间 5 s;保护气体 Ar(高纯 99.999%),流量 3.0 L/min;原子化时停气。由自动进样器取 15 μL 纯水、10 μL 样品或标准溶液混合共同进样。

### 1.5 标准系列配制

取 7 只具塞比色管,分别加入 0 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.80 mL、1.20 mL 铅标准使用液,各加基体改进剂至 1.0 mL,配制成 0 μg/L、5 μg/L、10 μg/L、20 μg/L、40 μg/L、80 μg/L、120 μg/L 铅标准系列。测定非职业铅接触者尿铅时,分别取上述溶液 0.4 mL,再加入 0.4 mL 正常人混合尿样;测定职业铅接触者尿铅时,分别取上述溶液 0.45 mL,再加入 0.15 mL 正常人混合尿样、0.3 mL 硝酸混匀。参照仪器操作条件,测定标准系列吸光值,扣除空白吸光值后,以吸光值对铅质量浓度绘制标准曲线。

### 1.6 样品测定

按测定标准系列的操作条件测定样品溶液和试剂空白溶液,将样品吸光值减去试剂空白吸光值后,由标准曲线查得稀释尿样中铅的质量浓度。

收稿日期:2007-08-29 修订日期:2007-10-26

作者简介:郭瑞娣(1953-),女,江苏江阴人,副主任技师,大专,主要从事理化检验工作。

## 1.7 计算

按下式计算尿样中铅的质量浓度:

$$C = c \times F \times k$$

式中,  $C$  为尿样中铅的质量浓度,  $\mu\text{g/L}$ ;  $c$  为由标准曲线查得稀释尿样中铅的质量浓度,  $\mu\text{g/L}$ ;  $F$  为尿样稀释倍数;  $k$  为尿样换算成标准相对密度 (1.020) 下的浓度校正系数<sup>[2]</sup>。

## 2 结果与讨论

### 2.1 方法线性与重现性

当铅质量浓度为  $0 \mu\text{g/L} \sim 120 \mu\text{g/L}$  时, 标准曲线线性关系良好, 回归方程为  $y = 4.5 \times 10^{-5}x + 1.0 \times 10^{-3}$ , 相关系数  $r = 0.9992$ 。

平行测定  $5 \mu\text{g/L}$ 、 $40 \mu\text{g/L}$ 、 $80 \mu\text{g/L}$  铅标准溶液 6 次, RSD 分别为 3.8%、4.6%、3.1%, 方法重现性良好。

### 2.2 方法检出限

平行测定  $5 \mu\text{g/L}$  铅标准溶液 6 次, 平均吸光值为 0.0052, 标准差为 0.0002, 按 3 倍标准差除以标准曲线斜率确定方法检出限为  $0.6 \mu\text{g/L}$ , 按 10 倍标准差除以标准曲线斜率确定方法最低检测质量浓度为  $2 \mu\text{g/L}$ 。

### 2.3 精密度的加标回收试验

应用该方法对样品进行精密度与加标回收试验, 结果见表 1。

表 1 精密度与加标回收试验结果 ( $n = 6$ )

样 品	样品质量浓度 $\rho/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	加标量 $\rho/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	回收率范 围 %	平均回收 率 %	RSD %
1	40	5	95.0~104	98.9	3.8
2	38	10	96.0~103	99.5	2.2
3	10	15	94.0~105	97.8	3.1
4	8	20	94.0~105	96.7	4.1

### 2.4 考核样品测定

用该方法测定中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒所的考核样 (编号为 501), 参考真值为  $(228 \pm 2) \mu\text{g/L}$ , 测定均值为  $219 \mu\text{g/L}$  ( $n = 10$ ), RSD 为 1.7%, 结果令人满意。

### 2.5 进样方式

尿样有一定的粘度, 容易产生挂壁现象<sup>[2]</sup>, 用自动进样器依次吸入  $15 \mu\text{L}$  纯水、 $10 \mu\text{L}$  样品, 可保证进样后进样针上没有尿样残留。加入  $15 \mu\text{L}$

纯水, 可使样液准确进入石墨管中, 减少样品间的相互污染, 而且便于进样针的清洁, 同时提高试验结果的重现性。

### 2.6 干扰试验

该方法所用的基体改进剂氯化铍可与铅形成稳定的络合物, 使铅不易在灰化过程中损失, 灰化温度可以提高到  $800 \text{ }^\circ\text{C} \sim 1200 \text{ }^\circ\text{C}$ , 在此温度下, 尿样中的大部分干扰成分被清除。当尿中硫酸根、 $\text{Na}^+$ 、 $\text{Cl}^-$  质量浓度为  $50 \text{ g/L}$ ,  $\text{K}^+$ 、 $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$  质量浓度为  $25 \text{ g/L}$  时, 对铅的测定无干扰。

### 2.7 与 WS/T 18-1996 方法<sup>[2]</sup> 的比较

用该方法与 WS/T 18-1996 方法分别测定 501 号考核样 ( $n = 10$ ), 前者的测定均值为  $219 \mu\text{g/L}$ , RSD 为 1.7%, 后者的测定均值为  $188 \mu\text{g/L}$  (明显异常数据已去除), RSD 为 3.5%。由此可见, 该方法具有明显的优越性。

### 2.8 注意事项

试验所用的玻璃、塑料器皿等洗净后, 须用 20% 硝酸溶液浸泡 24 h, 再用超净水冲洗干净, 烘干备用, 防止环境中的铅污染样品。

## 3 结论

采用 WS/T 17-1996 方法<sup>[3]</sup> 测定尿铅, 样品需用硝酸、高氯酸消化, 还需定容、萃取等一系列步骤, 会造成样品损失与污染。采用该方法测定尿铅, 不需要消化、定容等步骤, 可直接进样, 减少了样品损失与污染。进样时添加  $15 \mu\text{L}$  纯水, 清洁了进样针, 消除了样液残留, 提高了测定重现性, 使方法更加简便、快速、准确。

### [参考文献]

- [1] 徐云斌, 张启生, 许风华. 石墨炉全自动原子吸收法测定尿铅 [J]. 中国卫生检验杂志, 2004 (5): 41-43
- [2] 中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所. WS/T 18-1996 尿中铅的石墨炉原子吸收光谱法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 1996
- [3] 中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所. WS/T 17-1996 尿中铅的双硫脲分光光度法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 1996
- [4] 李述信. 原子吸收光谱分析中的干扰及消除方法 [M]. 北京: 北京大学出版社, 1987
- [5] 陆梅. 石墨炉原子吸收法测定食用菌中镉和铅 [J]. 环境监测管理与技术, 2005, 17(5): 33-34.

本栏目责任编辑 姚朝英