

简便快速准确测定血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）

铅是有毒金属，它能引起几乎所有器官系统的功能紊乱，尤其是血液和神经系统。其浓度与机体铅的吸收、排出、分布处于平衡状态。能直接反映近期人体吸收铅的量，是目前被认为最好反映的接触监测指标。石墨炉原子吸收光谱法因操作简便、灵敏度高，需样量少，血样不需要消化的特点而被采用。本文对石墨炉原子吸收光谱法测定血铅基体改进剂的选择及添加步骤作了进一步的分析探讨。并测定中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒所的考核样，取得优秀的成绩。

1 材料与方法

1.1 仪器

PerkinElmer800 原子吸收光谱仪（美国 PerkinElmer 公司）；铅无极放电灯。离心机（12000 r/min）、旋涡混合器。

1.2 试剂

肝素钠溶液 5 g/L、硝酸（优级纯）溶液 0.2%（体积分数）、基体改进剂 NH_4PO_4 12 g/L+ $\text{MG}(\text{NO}_3)_2$ 0.5 g/L、TritonX-100 溶液 0.1%（体积分数）。

铅标准溶液，将铅标准储备液 1000 $\mu\text{g/mL}$ （GBW 08619），逐次用 1%硝酸溶液稀释为 0.1 $\mu\text{g/mL}$ （应用液 I）、0.2 $\mu\text{g/mL}$ （应用液 II）。

1.3 样品的制备

采集静脉血 2 mL 置于特除处理的聚乙烯试管（在经酸处理清洗干净干燥后试管中加 0.1 mL 5 g/L 肝素钠溶液，60℃ 真空干燥烘干后备用）中，充分混匀，于冰瓶中运输，4℃ 下可保存 3 周。

1.4 样品分析

1.4.1 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：标准曲线法；计算方式：峰高；塞曼效应扣背景。石墨炉升温程序：干燥温度 70~110℃，时间 70 s；灰化温度 550℃，时间 10 s；原子化温度 1800℃；时间 5 s；

保护气体氩气（高纯 99.999%）；流量 250mL/min；原子化时停气。由自动进样器取 15 μL 纯水（作为基体改进剂）、10 μL 样品或标准混合共同进样。

1.4.2 标准系列配制

取 7 支 0.5mL 带盖的小塑料离心管，按表 1 配制标准管。

表 1 标准管配制

管号	标准应用液 (I) mL	标准应用液 (II) mL	0.2% 硝酸 mL	正常人血 mL	铅含量 $\mu\text{g/L}$
0	0.00	0.00	0.36	0.04	0
1	0.02	0.00	0.34	0.04	5
2	0.04	0.00	0.32	0.04	10
3	0.08	0.00	0.28	0.04	20
4	0.16	0.00	0.20	0.04	40
5	0.32	0.00	0.04	0.04	80
6	0.00	0.20	0.16	0.04	100

将所取标准管在旋涡混合器上振摇 15 s，静止 15 min，在离心机上 12000 r/min 离心 5 min，按仪器操作条件，取 10 μL 上清液进样，以 1~6 号管吸光度值减去 0 号管的吸光度值为纵坐标，加入标准铅含量为横坐标，绘制标准曲线。

1.4.3 样品的测定

取 0.04 mL 血样置于盛有 0.36 mL 含 0.2% 硝酸的小塑料离心管中，在旋涡混合器上振摇 15 s，静止 15 min，在离心机上 12000 r/min 离心 5 min，取 10 μL 上清液进样，同时以 0.4 mL 2% 硝酸液作为试剂空白，样品吸光度值减去空白吸光度值，由标准曲线查得浓度即为稀释血样中铅的浓度，按以下公式计算血铅的实际浓度。

$$X = 10C$$

式中：X—血中铅的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

C—由标准曲线查得的铅的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

10—稀释倍数。

2 结果与讨论

2.1 方法的线性关系与精密度

铅含量在 0~100 $\mu\text{g/L}$ 内作标准曲线, 一次性回归方程为 $y=0.002x+0.00073$ ($r=0.9995$, $n=6$), 当铅含量为 5、40、100 $\mu\text{g/L}$ 时, 其相对标准差分别为 4.41%、5.23% 和 4.44%, 说明实验有良好的重现性。结果见表 2。

表 2 精密度试验

标准含量 $\mu\text{g/L}$	平均值 吸光度	标准差 (s)	相对标准偏差 RSD/%
5	0.0068	0.0003	4.41
40	0.0478	0.0025	5.23
80	0.0900	0.0040	4.00

2.2 基体改进剂的选择

近年来购置的原子吸收光谱仪, 均有添加基体改进剂的功能, 大大简化了标准溶液和样品预处理的操作步骤, 而且可以根据实验情况调整基体改进剂的量。实验中采用同一样品, 取 0.04 mL 血样 +0.32 mL 0.1% TritonX-100 溶液 +0.04 mL 1% 的硝酸溶液^[1]、取 0.04 mL 血样 +0.36 mL 0.2% 的硝酸溶液 (按本法)、取 0.04 mL 血样 +0.36 mL 纯水充分摇匀 (进样时加 5 μL NH_4PO_4 12 g/L + $\text{MG}(\text{NO}_3)_2$ 0.5 g/L 基体改进剂)。结果表明, 3 个方法无显著性差异, 加入基体改进剂灵敏度高一些, 但空白值也高。本法采用纯水 15 μL 作为基体改进剂, 使进样针干净, 样液不外挂准确进入石墨管中, 而且重现性好, 避免了各种试剂带入的污染。曾有用去蛋白沉淀法^[2-3], 针头容易挂液有残留液, 重现性差。

2.3 方法的准确度

2005 年 6 月接受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 502 号, 样品测定 10 次, 测定值分别为 159.7、154.9、155.9、156.8、153.9、155.6、159.7、159.7、158.9、158.2 $\mu\text{g/L}$, 平均值为 157.3 $\mu\text{g/L}$, 标准差为 2.19, 标准偏差 (RSD%) 1.39%。2005 年 7 月份结果上报中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒所, 2005 年 12 月获悉参考真值 (160 ± 26) $\mu\text{g/L}$, 这说明用本方法测定, 有良好的准确度和精密度。

2.4 进样方式

由于血样有一定的粘度, 自动进样时可编程依次吸入 15 μL 纯水、10 μL 样品, 可确保进样后进样针上没有血样的残留, 而且便于进样针的清洁, 同时提高实验结果的重现性。

2.5 注意事项

实验中所用的玻璃、塑料器皿等洗净后, 须用 20% 的硝酸溶液浸泡 24 h, 用超净水冲洗干净, 烘干备用, 采血空间应洁净, 防止环境中铅污染样品。采血时用 3% 硝酸棉球、纯水棉球、酒精棉球依次擦净被采血者的采血部位。

3 结语

本法取样于 0.5 mL 塑料管中后, 不再转移, 直接进样, 减少了损失与污染。利用纯水作基体改进剂, 清洁了进样针, 消除了样液的残留, 提高了重现性。不需预配制铅的血标准溶液^[2]。方法简便、快速、准确。

4 参考文献

- [1] WS/T 20—1996, 血铅的 TritonX-100 稀释—石墨炉原子吸收光谱法。
- [2] WS/T 174—1999, 血中铅的酸脱蛋白—石墨炉原子吸收光谱法。
- [3] 吉荣娣, 林汉宗, 刘建荣, 等, 一种简便快速准确测定血铅血镉的无火焰原子吸收法. 卫生研究, 1984, 13 (4): 23