

石墨炉原子吸收光谱法直接测定血中铅

陈宇鸿, 沈仁富

摘要: [目的] 建立稀硝酸稀释血样, 石墨炉原子吸收直接测定血铅的方法。[方法] 采用 1.0% 硝酸 10 倍稀释血样, 10 μL 进样, 标准加入法制备标准曲线, 直接检测血铅。[结果] 在实验条件下, 血铅浓度在 0.0~100.0 μg/L 之间存在线性关系 ($r=0.9992$)。铅标准溶液 25.0、50.0、75.0 μg/L 分别平行测定 6 次, 其相对标准偏差为 1.28%~2.74%。血样中加入铅标准溶液 25.0、50.0、75.0 μg/L, 测得血铅回收率为 95.7%~102.0%。[结论] 该法灵敏度高、正确度好, 操作简便快速, 适宜血液中的测定。

关键词: 血样; 硝酸稀释; 石墨炉原子吸收光谱法; 铅

Direct Determination of Lead in Blood by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry CHEN Yu-hong, SHEN Ren-fu (Wenling Center for Disease Control and Prevention, Wenling, Zhejiang 317500, China)

Abstract: [Objective] To establish a direct blood lead determination methodology by graphite furnace atomic absorption spectrometry using nitric acid treated samples. [Methods] Blood samples were pre-treated by 0.1% nitric acid and injected to a graphite furnace atomic absorption spectrometer. [Results] The linear range of proposed determination methodology was 0.0-100.0 μg/L ($r=0.9992$). The standard solutions containing lead at 25.0, 50.0 and 75.0 μg/L were tested six times under the same conditions. The relative standard deviations were 1.28%-2.74% and the average recovery ratios were 95.7%-102.0% for blood samples adding to the same series standard lead solutions. [Conclusion] The direct blood lead determination method shows high sensitivity, good linear range and convenience in operation.

Key Words: blood sample; nitric acid dilution; graphite furnace atomic absorption spectrometry; lead

随着工业化进程的加快, 铅对环境的污染严重危害着人类的健康, 血铅含量作为环境铅污染引起的铅作业场所接触者职业性慢性铅中毒诊断指标之一已被广泛应用^[1]。因此, 血铅检测方法数据的准确性显得尤为重要。血液里含有大量的碱金属和碱土金属盐类及蛋白质, 复杂的背景吸收给铅的测定带来严重干扰。本研究拟采用全血经 1.0% 硝酸稀释, 标准加入法制备标准曲线, 并对检测条件进行优化, 防止由于繁琐前处理易带来的污染, 解决复杂背景对铅测定的干扰, 以准确、简便、快速地检测血铅。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

北京普析通用公司产 TAS(G)-990 型原子吸收分光光度计(带横向加热技术), 铅元素空心阴极灯, 热解涂层平台石墨管。

铅标准储备液: 1000 μg/mL 标准溶液(水中铅成分分析溶液标准物质, 购自国家标准物质研究中心, 标准物质编号 GBW08619), 用 1.0% (体积分数) 硝酸逐级稀释至 1.0 μg/mL。测试时将此液稀释成 0.10 μg/mL 和 0.20 μg/mL 的铅标准应用液。

冻干牛血铅成分分析标准物质: 中国疾病预防控制中心

职业卫生与中毒控制所制(标准物质编号 GBW09139g), 标准值为 (122 ± 15) μg/L。优级纯硝酸、去离子水、肝素。

1.2 仪器工作条件

铅: 灯电流 2 mA, 波长 283.3 nm, 光谱带宽 0.4 nm, 自吸扣背景。石墨炉工作条件见表 1。

表 1 石墨炉工作条件				
阶段	温度(℃)	升温时间(s)	保持时间(s)	氩气流量
干燥	120	15	10	大
灰化	750	10	10	大
原子化	1800	0	3	关
净化	2000	1	1	大

1.3 测定方法

1.3.1 试样处理 用 3% 硝酸棉球, 超纯水棉球, 酒精棉球依次擦净被检者取血部位皮肤采血, 取 20 μL 血样, 置于盛有 0.18 mL 1.0% 硝酸的具塞样品杯中, 充分摇匀使溶血。同时 1.0% 硝酸制备试剂空白液, 待测。

1.3.2 分析步骤 分在 6 个具塞样品杯中, 分别加入铅标准溶液 (0.10 μg/mL) 0.00、0.02、0.05、0.10、0.15 mL 和铅标准溶液 (0.20 μg/mL) 0.1 mL, 用 1.0% 硝酸使各管体积为 0.18 mL, 加(肝素抗凝)正常人血 20 μL, 充分摇匀使溶血, 即得 0.00、10.0、25.0、50.0、75.0、100.0 μg/L 铅标准系列, 自吸扣背景, 自动进

[作者简介] 陈宇鸿 (1969—), 男, 专科, 主管检验技师; 研究方向: 理化检验; E-mail: ggwwhh@126.com

[作者单位] 温岭市疾病预防控制中心, 浙江 温岭 317500

样,由低浓度至高浓度各 10 μL 逐一将标准溶液注入石墨管中进行测定,确立工作曲线,然后将待测溶液导入石墨管中进行定量分析。

2 结果

2.1 样品稀释倍数的选择

本试验直接将血样以 1.0% 稀硝酸稀释后直接进样,防止由于前处理易带来的污染,稀硝酸用于血液稀释剂对铅的测定虽有一定基体改进作用,但由于血中成分复杂,采用硝酸稀释法不能完全去除血中复杂成分,所以当稀释倍数过小时,样品黏度大,易堵塞进样毛细管,易产生碳沉淀,造成重现性差。通过试验,血液经 10 倍稀释后可降低黏度,减少基体干扰,达到实验要求,因此选择样品稀释倍数为 10 倍稀释。

2.2 干燥温度和时间的选择

由于血液黏度大,基体复杂,干燥温度太高,易造成样品暴沸而使样品损失,温度过低则使样品干燥不完全。本研究通过试验选择干燥参数为 120 $^{\circ}\text{C}$ 、25 s,定为 120 $^{\circ}\text{C}$ 可保证血样被快速蒸发而不至于沸腾。

2.3 灰化温度和时间的选择

将灰化温度从 600~850 $^{\circ}\text{C}$,按照 50 $^{\circ}\text{C}$ 的温度间隔做灰化实验^[2],结果表明在 750 $^{\circ}\text{C}$ 时样品峰形好,干扰少,且样品响应值没有降低,所以采用 750 $^{\circ}\text{C}$ 作为测定的灰化温度。

2.4 原子化和净化温度、时间的选择

在干燥、灰化参数恒定后,选择原子化温度在 1400~1900 $^{\circ}\text{C}$ 范围内^[3],按照 100 $^{\circ}\text{C}$ 的温度间隔做原子化实验,结果显示合适的原子化温度为 1800 $^{\circ}\text{C}$ /3 s。净化过程参数设置温度应比原子化温度略高,时间宜短,以 2000 $^{\circ}\text{C}$ /2 s 为宜。

2.5 方法的线性关系与检出限

在 0.0~100.0 $\mu\text{g/L}$ 范围内,对标准系列重复测定 6 次,取平均值,得标准曲线回归方程为: $\hat{y}=355.0x-0.04711$, $r=0.9992$,按国际纯粹与应用化学联合会(IUPAC)规定,对空白溶液连续测定 20 次,求得空白值的标准偏差 S_b ,根据检出限 $DL=3S_b/a$ (a 为校准曲线斜率),计算检出限为 1.9 $\mu\text{g/L}$ 。

2.6 方法的精密度试验

取铅标准溶液 25.0、50.0、75.0 $\mu\text{g/L}$ 分别平行测定 6 次,其相对标准偏差在 1.28%~2.74%,说明实验的重现性好,结果见表 2。

表 2 精密度试验 ($n=6$)

标准含量($\mu\text{g/L}$)	平均值($\mu\text{g/L}$)	标准偏差	相对标准偏差(%)
25.0	25.21	0.6920	2.74
50.0	50.69	0.8157	1.61
75.0	75.86	0.9708	1.28

2.7 方法的准确度试验

2.7.1 回收率试验 在本底值含量为 8.59 $\mu\text{g/L}$ 血样中加入铅标准溶液 25.0、50.0、75.0 $\mu\text{g/L}$,平行测定 6 次,计算分析样品中铅标准溶液测得回收率为 95.7%~102.0%,见表 3。

表 3 回收率试验结果 ($n=6$)

血样本底值($\mu\text{g/L}$)	加标量($\mu\text{g/L}$)	测得平均值($\mu\text{g/L}$)	回收率(%)
8.59	25.0	32.16	95.7
8.59	50.0	59.82	102.0
8.59	75.0	81.79	97.8

2.7.2 测定值与标准值的比较 用本法测定冻干牛血铅成分分析标准物质(GBW09139g),标准值为(122 $\pm$ 15) $\mu\text{g/L}$,测定值为 117.2 $\mu\text{g/L}$,测定值结果符合标准值要求。

3 讨论

本试验采用 1.0% 硝酸稀释血样,石墨炉原子吸收光谱法直接测定血中铅含量,所需血样少,检测时间短,灵敏度高,相关系数好,精密度与回收率也符合要求。与标准方法相比,具有更简便,快速的优点,可实现血中铅的准确检测,非常适用于职业病健康检查等大批量血铅的监测测定。

参考文献:

- [1] 李桃仙,刘文对,蔡妙森. 全血铅测定的分析质量控制[J]. 职业与健康, 2008, 24(18): 1895-1896.
- [2] 刘宇,张琦,张欣,等. 石墨炉原子吸收法对全血中的铅测定方法研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2009, 19(4): 812-813.
- [3] 包青峰,段妮. 石墨炉标准加入校正法快速批量测定全血中铅[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(12): 2595-2596.

(收稿日期: 2010-07-26)

(英文编审: 金克峙; 编辑: 王晓宇; 校对: 葛宏妍)