

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 316.1—2018

代替 WS/T 20—1996

血中铅的测定 第1部分：石墨炉原子吸收光谱法

Determination of lead in blood—
Part 1: Graphite furnace atomic absorption spectrometry method

2018-08-16 发布

2019-01-01 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布

前 言

根据《中华人民共和国职业病防治法》制定本标准。

GBZ/T 316—2018《血中铅的测定》分为3个部分：

- 第1部分：石墨炉原子吸收光谱法；
- 第2部分：电感耦合等离子体质谱法；
- 第3部分：原子荧光光谱法。

本部分为GBZ/T 316的第1部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分代替WS/T 20—1996《血中铅的石墨炉原子吸收光谱测定法》。

与WS/T 20—1996相比，主要修改如下：

- 仪器操作条件修改为仪器操作参考条件；
- 对标准配制及样品处理方法进行了改进；
- 对仪器的背景校正系统进行了明确。

本部分起草单位：中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所。

本标准主要起草人：潘亚娟、张敬、陶雪、闫慧芳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

- WS/T 20—1996。

血中铅的测定 第1部分：石墨炉原子吸收光谱测定法

1 范围

GBZ/T 316的本部分规定了测定血中铅的石墨炉原子吸收光谱测定法。
本部分适用于职业接触人员血中铅的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GBZ/T 295 职业人群生物监测方法 总则

3 酸脱蛋白-石墨炉原子吸收光谱法

3.1 原理

血液样品（以下称血样）用硝酸溶液进行脱蛋白，在283.3nm波长下，用石墨炉原子吸收光谱法测定铅含量。

3.2 仪器

3.2.1 容量瓶，10mL。

3.2.2 具塞聚乙烯离心管，1.5mL。

3.2.3 旋涡混合器。

3.2.4 离心机，转速大于10000r/min。

3.2.5 微量移液器，量程分别为20μL~200μL、100μL~1000μL。

3.2.6 原子吸收光谱仪，具石墨炉、塞曼或氘灯背景校正装置和铅空心阴极灯。

3.3 试剂

3.3.1 去离子水。

3.3.2 硝酸： $\rho_{20}=1.42\text{g/mL}$ ，优级纯。

3.3.3 硝酸溶液：1%（体积分数）。

3.3.4 硝酸溶液：5%（体积分数）。

3.3.5 牛血：肝素抗凝，-20℃保存，用时放至室温摇匀。也可采用低本底人血、羊血等。本底铅含量应低于50μg/L。

3.3.6 标准溶液，采用铅单元素有证标准物质。

3.4 样品的采集、运输和保存

依据GBZ/T 295进行。

采集后的样品和样品空白置于清洁容器中冷藏运输。

样品在-20℃下可保存半年。

3.5 分析步骤

3.5.1 仪器操作参考条件

干燥	80℃~150℃	55s	
灰化	300℃~350℃	20s	
原子化	1600℃	5s	停气
清除	2400℃	3s	

3.5.2 血铅标准工作曲线系列的配制

将铅单元素标准溶液用1%硝酸溶液稀释成50.0μg/mL铅标准应用液，再用1%硝酸溶液配成浓度为0μg/mL、1.25μg/mL、2.50μg/mL、5.00μg/mL、10.00μg/mL、12.50μg/mL铅标准溶液系列。另取6只10mL容量瓶，编号为1~6号。分别加入0.40mL浓度为0μg/mL~12.50μg/mL的铅标准溶液系列，再用牛血定容至刻度，即配制成浓度为0μg/L、50μg/L、100μg/L、200μg/L、400μg/L、500μg/L的血铅工作曲线标准溶液系列。配制方法见表1。

表1 血铅工作曲线标准系列配置

容量瓶编号	1	2	3	4	5	6
铅标准溶液系列/(μg/mL)	0	1.25	2.50	5.00	10.00	12.50
取铅标准溶液系列/mL	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40
取牛血/mL	9.60	9.60	9.60	9.60	9.60	9.60
血中铅标准溶液系列/(μg/L)	0	50	100	200	400	500

3.5.3 血铅标准工作曲线溶液系列、样品及样品空白的预处理方法

3.5.3.1 血铅标准工作曲线溶液系列预处理方法：分别取0.15mL血铅标准溶液工作曲线系列于具塞聚乙烯离心管内，各管加入0.60mL 5%硝酸溶液，立即盖好盖子，强力振摇，然后在旋涡混合器上振摇5min，以10000 r/min离心5min，上清液供测定。

3.5.3.2 样品预处理方法：将冷冻血样取出，恢复到实验室温度。充分振摇混匀，取出0.15mL，置于1.5mL具塞聚乙烯离心管内，其余处理步骤同上。

3.5.3.3 样品空白预处理方法：用采血针抽取2.0mL水置于采血管中，振荡，其余处理步骤同上。

3.5.4 血铅标准工作曲线溶液系列、样品及样品空白的测定

3.5.4.1 血铅标准工作曲线溶液系列的测定：参照仪器操作参考条件，将原子吸收光谱仪调整到最佳测定状态，取15μL上清液进样，测定各标准系列，每个浓度重复测定3次。2~6号的吸光度值减去1号的吸光度值后，对相应的铅浓度(μg/L)绘制工作曲线或计算回归方程。

3.5.4.2 样品及样品空白的测定：用测定标准系列的操作条件测定样品及样品空白溶液，空白测定结果应小于检出限。当检测结果大于检出限时，表明样品在采集、运输和存储过程中受到污染，批量样品应作废。测得的吸光度值由工作曲线或回归方程计算铅的浓度(μg/L)。

3.6 计算

按式(1)计算血样中铅的浓度：

$$C = C_0 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C ——血中铅的浓度, 单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$);

C_0 ——由工作曲线或回归方程得的血样中铅的浓度, 单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)。

3.7 说明

3.7.1 本法的检出限为 $7\mu\text{g/L}$, 定量下限为 $20\mu\text{g/L}$; 测定范围为 $20\mu\text{g/L}\sim 500\mu\text{g/L}$ 。塞曼背景校正的原子吸收光谱仪相对标准偏差范围为 $1.6\%\sim 2.8\%$ ($n=6$), 氘灯背景校正的原子吸收光谱仪相对标准偏差范围为 $1.5\%\sim 5.3\%$ ($n=6$)。

3.7.2 本法的进样量应根据仪器具体情况确定, 一般选择 $10\mu\text{L}\sim 20\mu\text{L}$ 。

3.7.3 本法中基体对测定有影响, 样品应采用与工作曲线系列溶液相同的处理方法。若样品中铅浓度超过测定范围, 可将血铅工作曲线范围提高至 $800\mu\text{g/L}$ 或 $1000\mu\text{g/L}$, 标准系列及样品均采用 10 倍稀释方法处理后测定, 即取血液 0.1mL , 加入 5% 硝酸溶液至 1.0mL 。

3.7.4 采血管不能使用 EDTA 抗凝管。

3.7.5 检测过程质量控制应按照 GBZ/T 295 的要求进行。

4 曲拉通稀释-石墨炉原子吸收光谱法

4.1 原理

血液样品(以下称血样)用曲拉通和硝酸混合溶液稀释后, 在 283.3nm 波长下, 用石墨炉原子吸收光谱法测定铅的浓度。

4.2 仪器

4.2.1 容量瓶: 5mL 。

4.2.2 具塞聚乙烯离心管: 1.5mL 。

4.2.3 微量移液器: 量程分别为 $20\mu\text{L}\sim 200\mu\text{L}$ 、 $100\mu\text{L}\sim 1000\mu\text{L}$ 。

4.2.4 原子吸收光谱仪: 具石墨炉、塞曼背景校正装置和铅空心阴极灯。

4.3 试剂

4.3.1 实验用水为去离子水。

4.3.2 硝酸: $\rho_{20}=1.42\text{g/mL}$, 优级纯。

4.3.3 硝酸溶液: 1% (体积分数)。

4.3.4 Triton X-100: 分析纯。

4.3.5 Triton X-100 溶液: 1% (体积分数)。

4.3.6 稀释剂: 将 20mL 硝酸溶液(1%)、 10mL Triton X-100 溶液(1%)与 70mL 水混合。

4.3.7 牛血: 肝素抗凝, -20°C 保存, 用时放至室温摇匀。也可采用低本底人血、羊血等。本底铅含量应低于 $50\mu\text{g/L}$ 。

4.3.8 标准溶液, 采用铅单元素标准溶液。

4.4 样品的采集、运输和保存

依据 GBZ/T 295 进行。

采集后的样品和样品空白置于清洁容器中冷藏运输。

样品在-20℃下可保存半年。

4.5 分析步骤

4.5.1 仪器操作参考条件

干燥 80~150℃, 10s
灰化 500~600℃, 30s, 保持10s
原子化 1800℃, 5s, 停气
净化 2400℃, 3s

4.5.2 血铅标准工作曲线系列的配制

将铅单元素标准溶液用1%硝酸溶液稀释成50.0μg/mL标准应用液, 再用1%硝酸溶液配成浓度为0μg/mL、1.25μg/mL、2.50μg/mL、5.00μg/mL、10.00μg/mL、20.00μg/mL、25.00μg/mL标准溶液系列。再取7只5mL容量瓶, 编号为1~7号。分别加入0.20mL浓度为0μg/mL~25.00μg/mL的铅标准溶液系列, 再用牛血定容至刻度, 即配制成浓度为0μg/L、50μg/L、100μg/L、200μg/L、400μg/L、800μg/L、1000μg/L的血铅标准工作曲线溶液系列。具体见表2。

表2 血铅标准工作曲线系列配制

容量瓶编号	1	2	3	4	5	6	7
铅标准溶液系列/(μg/mL)	0	1.25	2.50	5.00	10.00	20.00	25.00
取铅标准溶液系列/mL	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
取牛血/mL	4.80	4.80	4.80	4.80	4.80	4.80	4.80
血铅标准溶液系列/(μg/L)	0	50	100	200	400	800	1000

4.5.3 血铅标准工作曲线溶液系列、样品及样品空白的处理

4.5.3.1 血铅标准工作曲线溶液系列的处理: 血铅标准工作曲线系列分别取出0.10mL于具塞聚乙烯离心管内, 各加入0.90mL稀释剂, 充分振摇混匀。

4.5.3.2 样品的处理: 将冷冻血样取出, 恢复到实验室温度。充分振摇混匀, 取出0.10mL, 置于1.5mL具塞聚乙烯离心管内, 加入0.90mL稀释剂, 充分振摇混匀。

4.5.3.3 样品空白处理: 用采血针抽取2.0mL水置于采血管中, 其余处理步骤同上。

4.5.4 血铅标准工作曲线溶液系列、样品及样品空白的测定

4.5.4.1 血铅标准工作曲线溶液系列的测定: 参照仪器操作参考条件, 将原子吸收光谱仪调整到最佳测定状态, 取15μL上清液进样, 测定各标准系列, 每个浓度重复测定3次。2~7号的吸光度值减去1号的吸光度值后, 对相应的铅浓度(μg/L)绘制工作曲线或计算回归方程。

4.5.4.2 样品及样品空白的测定: 用测定标准系列的操作条件测定样品及空白样品溶液, 空白测定结果应小于检出限。当检测结果大于检出限时, 表明样品在采集、运输和存储过程中受到污染, 批量样品应作废。

4.6 计算

按式(2)计算血样中铅的浓度:

$$C = C_0 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

C ——血中铅的浓度, 单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$);

C_0 ——由标准曲线或回归方程得血样的铅浓度, 单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)。

4.7 说明

4.7.1 氘灯背景校正的原子吸收光谱仪不宜用于本法进行血铅测定。

4.7.2 本方法的检出限为 $7\mu\text{g/L}$, 定量下限为 $20\mu\text{g/L}$; 测定范围为 $20\mu\text{g/L} \sim 1000\mu\text{g/L}$ 。相对标准偏差范围为 $1.8\% \sim 5.1\%$ ($n=6$); 血样加标回收率范围为 $99.9\% \sim 108.9\%$ (加标浓度为 $100\mu\text{g/L} \sim 800\mu\text{g/L}$)。

4.7.3 本法中基质对测定有影响, 样品与工作曲线系列应采用相同方法进行处理。

4.7.4 本法的进样量应根据仪器具体情况确定, 一般选择 $10\mu\text{L} \sim 20\mu\text{L}$ 。

4.7.5 采血管不能使用 EDTA 抗凝管。

4.7.6 检测过程质量控制应按照 GBZ/T 295 的要求进行。
