

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 443—2013

血中铅、镉的测定 钨舟原子吸收光谱法

Determination of blood lead and cadmium—
Tungsten ship atomic absorption spectrometric method

2013-09-29 发布

2014-05-01 实施



中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准起草单位：西安市中心医院、北京市疾病预防控制中心、四川大学华西第二医院、上海市疾病预防控制中心、首都儿科研究所。

本标准起草人：李建平、毛红、杨惠、汪国权、戴耀华、方亚敏。

血中铅、镉的测定

钨舟原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了采用钨舟原子吸收光谱测定全血中铅、镉浓度的方法。
本标准适用于全血中铅、镉浓度的临床筛查测定。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

钨舟原子吸收光谱仪 tungsten ship atomic absorption spectrophotometer
以金属材料钨制成原子化器的原子吸收光谱仪。

3 原理

含待测元素的血液样品在高温下进行原子化,被解离为基态原子,当锐线光源发射出的 283.3 nm (铅)、228.8 nm(镉)特征谱线,穿过一定厚度的样品原子蒸汽时,光的一部分被原子蒸汽中铅、镉基态原子吸收,检测系统测量出透射光的强弱变化,根据朗伯比尔(Lambert-Beer)定律:在一定范围内吸光度的大小与原子化器中待测元素原子浓度成正比的关系,求得待测铅、镉元素含量。

4 仪器与材料

- 4.1 钨舟原子吸收光谱仪。
- 4.2 铅、镉空心阴极灯。
- 4.3 旋涡混合器。
- 4.4 可调精密微量加液器:100 μL ;1 000 μL 。
- 4.5 聚乙烯带盖离心管:1.5 mL。
- 4.6 聚乙烯带盖试管:5 mL。
- 4.7 容量瓶:50 mL;100 mL;1 000 mL。

5 试剂

- 5.1 试验用水:去离子水(电阻值 $\geq 18\text{ M}\Omega$;或石英玻璃亚沸蒸馏水)。
- 5.2 磷酸氢二铵(优级纯)。
- 5.3 TritonX-100(优级纯)。
- 5.4 浓硝酸(优级纯) $\rho_{20}=1.42\text{ g/mL}$ 。
- 5.5 硝酸溶液(优级纯)1%(体积分数)。
- 5.6 硝酸溶液(优级纯)0.2%(体积分数)。

5.7 医用消毒碘酒。

5.8 医用消毒酒精(75%,体积分数)。

5.9 牛血:肝素抗凝,-20℃保存,用时放置室温摇匀。

5.10 肝素钠抗凝管:制肝素钠溶液(5 g/L),在优质聚乙烯离心管中加入经过空白检测合格的该肝素钠溶液 5 μL~10 μL,阴干备用。

5.11 铅、镉检测试剂:称取磷酸氢二铵 5.00 g;吸取 1.0 mL Triton X-100 依次加入约有 500 mL 去离子水的 1 000 mL 容量瓶中;再加入 1.0 mL 浓硝酸(见 5.4),以去离子水稀释至刻度并充分混匀。然后定量吸取 360 μL 分装至 1.5 mL 聚乙烯带盖离心管内备用。

5.12 铅标准储备溶液:国家标准物质 GBW08619(铅:1 000 μg/mL)。

5.13 镉标准储备溶液:国家标准物质 GBW08612(镉:1 000 μg/mL)。

5.14 镉标准溶液:取 5.0 mL 镉标准储备液(见 5.13)置于 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(见 5.5)稀释至刻度,此溶液镉浓度为 100 μg/mL。

5.15 铅、镉混合标准溶液:取 5.0 mL 铅标准储备液和 1.0 mL 镉标准溶液(见 5.14)置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(见 5.5)稀释至刻度,此溶液铅、镉浓度分别为 50 μg/mL、1 μg/mL。

5.16 质控品:用国家全血铅、镉成分分析标准物质,混匀后吸取 40 μL,加入铅、镉检测试剂(见 5.11)中,以旋涡混合器充分混匀。

6 采样、运输和保存

6.1 采样前的准备

6.1.1 所有用品(注射器、采血管、检测试剂、消毒棉签等)应是一次性的,并需抽样进行空白检验(铅、镉含量应低于其检测下限),每个批号抽样量不得小于 10 支。必要时要对用品先行适当的无铅、无镉化处理。

6.1.2 检验人员应避免自身因素(化妆品、外敷药物、乳胶手套等)对样品的污染。

6.1.3 采血场所应远离铅、镉污染源,分别设置等候间和采血间,两房间相邻,均有流动温水洗手设备。采血前清洁采血场所。采血室不得使用风扇降温。

6.1.4 所有采血人员要经过严格培训并熟悉采血过程,知晓操作技术对血铅、镉检测质量的影响。采血前征得被采血者同意,若属儿童,应向其父母或监护人解释采血过程。

6.2 血样采集

6.2.1 要求

在专门采血房间进行。采血人员应戴乳胶手套或聚乙烯手套。若手套涂粉,接触受检者或采血前先用静脉采血皮肤清洁方法处理手套后再进行操作。

6.2.2 采集末梢血

用肥皂或洗手液按照六步洗手法揉搓双手,特别是拟采血手指。用温水冲洗晾干。如果是婴幼儿,护理婴幼儿的成人也应同时洗手。1 岁以下婴幼儿可以采集拇指或足跟部血,同样程序清洁。

用硝酸溶液(见 5.6)、纯水、碘酒、酒精先后清洁拟采血部位,自然晾干。用一次性刺血针按照末梢血采集规定操作,让血液形成血滴流出,弃去第一滴血,用微量取液器吸取血样 40 μL,置于铅、镉检测试剂(见 5.11)中,充分混匀备检。

6.2.3 采集静脉血

用于儿童铅中毒诊断的血样应采用静脉血。当群体筛查血铅水平 $\geq 200 \mu\text{g/L}$ 时,应复测静脉血。

如采集静脉血,应按顺序用硝酸溶液(见 5.6)、纯水、碘酒、酒精清洁取血区皮肤。如有必要应事先用肥皂温水清洗采血部位。

使用经过检验的一次性采血针管抽取静脉血 1 mL ~1.5 mL,注入经抽样合格并阴干的肝素钠抗凝管(见 5.10)中,使血液将固态抗凝剂充分溶解混合,然后取 40 μ L 置于铅、镉检测试剂(见 5.11)中,充分混匀备检。

6.2.4 留置采血空白样

在每次采血开始前、采血中和采血结束时,分别用经过铅、镉空白检验的硝酸溶液(见 5.5)40 μ L 替代血样加入检测试剂中,作为采血过程的评价,以了解采样过程中可能的污染。

6.2.5 样品的运输和保存

样品采集后用冰瓶运送至实验室。暂不能检测时,可置冰箱内 4 $^{\circ}$ C ~6 $^{\circ}$ C 保存一周,门诊样品不得超过 48 h。

7 分析步骤

7.1 仪器分析参考条件

参照表 1 将原子吸收光谱仪调整到最佳测定状态。

表 1 仪器操作条件

元素名称	铅	镉
波长/nm	283.3	228.8
载气流量/(L/min)	1.5	1.5
干燥温度(30 s)/ $^{\circ}$ C	110	110
灰化温度(30 s)/ $^{\circ}$ C	400~600	300~500
原子化温度(3 s)/ $^{\circ}$ C	1 800~2 300	1 600~2 000
清洗温度(2 s)/ $^{\circ}$ C	2 400	2 200

7.2 空白试验

取一支铅、镉检测试剂管(见 5.11),加入 40 μ L 硝酸溶液(见 5.5),混匀与样品同时测定。

7.3 标准曲线的绘制

取 7 个 50 mL 容量瓶,按表 2 制备铅、镉标准应用液。

表 2 铅、镉标准应用液的配制

管号	0	1	2	3	4	5	6
铅、镉混合标准溶液/mL	0	1.25	2.50	5.00	7.50	10.0	12.50
1%(体积分数)硝酸溶液/mL	50	48.75	47.50	45.00	42.50	40.00	37.50
铅浓度/(μ g/mL)	0	1.25	2.50	5.00	7.50	10.00	12.50
镉浓度/(μ g/mL)	0	0.025	0.05	0.10	0.15	0.20	0.25

分别对应取表 2 中各浓度值溶液,置于 5 mL 聚乙烯带盖试管(见 4.6)中,按表 3 制备全血铅、镉标准检测系列。

表 3 全血铅、镉标准检测系列

管号	0	1	2	3	4	5	6
铅、镉标准应用液/mL	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
牛血/mL	4.80	4.80	4.80	4.80	4.80	4.80	4.80
铅的含量/($\mu\text{g/L}$)	0	50	100	200	300	400	500
镉的含量/($\mu\text{g/L}$)	0	1	2	4	6	8	10

分别吸取 40 μL 表 3 中全血铅、镉标准检测系列,置于铅、镉检测试剂(5.11)中,充分混匀后取 30 μL 进样测定标准系列的吸光度值,1~6 号管的吸光度值分别减去 0 号管的吸光度值。以吸光度值对应铅、镉浓度($\mu\text{g/L}$)绘制检测标准曲线。

7.4 样品测定

将试剂空白、质控品和处理好的样品放至室温,充分混匀后进样检测,样品的吸光度值减去试剂空白吸光度值后,由标准曲线查出血样中铅、镉的浓度。

在测定前、后及每 10 个样品后测定一次质控样品,若样品前后的质控品表达均在标准物质文件值的不确定度范围内,其中的 10 个数据则有效,否则重新测定。若有必要,再次制作标准曲线。

7.5 计算

血中铅、镉浓度计算方式见式(1)。

$$c = c_1 \times F \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——血中铅、镉浓度单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

c_1 ——由标准曲线计算出的稀释血样中铅、镉浓度单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

F ——稀释倍数,按本法操作时,血铅、镉稀释倍数为 10。

8 说明

8.1 本法血铅最低检测浓度 $\leq 3 \mu\text{g/L}$;精密度 $\text{RSD} \leq 10\%$ (血铅浓度 $100 \mu\text{g/L} \sim 500 \mu\text{g/L}$, $n=6$)。本法血镉最低检测浓度 $\leq 0.2 \mu\text{g/L}$;精密度 $\text{RSD} \leq 10\%$ (血镉浓度 $8 \mu\text{g/L}$, $n=6$)。

8.2 所用器皿均用 10%(体积分数)硝酸溶液浸泡过夜,用去离子水冲洗干净,晾干备用。

8.3 在测定过程中,干燥、灰化温度和时间的选定很重要,应防止样品产生飞溅造成丢失。各片钨舟原子化器的电阻值略有差异,如更换钨舟原子化器后应重新制作标准曲线。

参 考 文 献

- [1] 临床血铅检验技术规范 卫生部 2006 年
- [2] GB/T 16126—1995 生物监测质量保证规范
- [3] NCCLS. Analytical Procedures for the Determination of Lead in Blood and Urine; Approved Guid NCCLS document C40-A (ISBN 1-56238-437-6). NCCLS, 940 West Valley Road, Suite 1400, Wayne, Pennsylvania 19087-1898 USA, 2001.
-

中华人民共和国卫生
行业标准
血中铅、镉的测定
钨舟原子吸收光谱法
WS/T 443—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

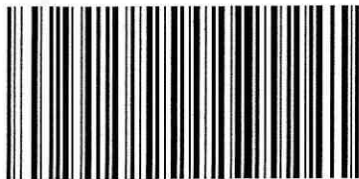
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2014年1月第一版 2014年1月第一次印刷

*

书号: 155066·2-25787 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



WS/T 443—2013