

石墨炉原子吸收光谱法测定血样中的铅和镉含量

AAS-084

摘要： 本文参照中国卫生行业标准 WS/T 20-1996 和 WS/T 34-1996，将血样以 0.2% Triton X-100 溶液稀释后，以标准加入法制作校准曲线，石墨炉原子吸收光谱法检测了血样中的铅和镉含量。实验以冻干牛血铅、镉标准物质 GBW09139 为质控样进行了考察，所得结果与标准值相符，且多次测量的结果之间亦有较好的重复性。

关键词： 血样 铅 镉 石墨炉 标准加入法

铅和镉是对人体有害的重金属元素，铅、镉超标均会对人体产生一系列的危害，如铅超标会损害人体的神经系统，影响儿童智力发育，损害人体免疫系统，镉超标则会损害人体骨骼，造成“痛痛病”，同时损害人体肾脏和肺部等。血铅和血镉是最能准确反映出人体铅、镉中毒程度的指标，因此，血铅和血镉含量检测是最常用和最有效的判定是否铅、镉中毒的手段。国家卫生行业标准 WS/T 20-1996《血中铅的石墨炉原子吸收光谱测定

方法》、WS/T 34-1996《血中镉的石墨炉原子吸收光谱测定方法》和 WS/T 174-1999《血中铅、镉的石墨炉原子吸收光谱测定方法》等均推荐石墨炉原子吸收光谱法作为检测血铅和血镉的方法。

本文参照相关标准，将血样以 0.2% Triton X-100 溶液稀释后，以标准加入法制作校准曲线，石墨炉原子吸收光谱法检测了血样中的铅和镉含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-7000 原子吸收分光光度计

1.2 样品及试剂

玻璃器皿（烧杯和容量瓶）经 30% 硝酸浸泡并以超纯水冲洗干净后使用；

实验所用硝酸为优级纯试剂，Triton X-100 为分析纯试剂，水为超纯去离子水。

1.3 样品制备

(1) 以 1% 硝酸为介质，配制浓度为 0.2%(v/v) 的 Triton X-100 溶液；

(2) 将浓度为 1000 mg/L 的铅、镉标准溶液以 0.2% Triton X-100 溶液为稀释剂，分别逐级稀释配制浓度为 100 μg/L 的 Pb 标准溶液和浓度为 2 μg/L 的 Cd 标准溶液；

(3) 选取早晨空腹采集的静脉血样，按照表 1 浓度依次制备加标样品，以未加标血样为标曲空白；

(4) 以 0.2% Triton X-100 为稀释剂，将质控样 GBW09139 稀释 10 倍待测。未知样品同法处理；

(5) 以 0.2% Triton X-100 溶液为样品空白。仪器工作条件，利用标准曲线法测定。

表1 加标样品的制备

No.(Pb)	1	2	3	4	No.(Cd)	1	2	3	4
100 μg/L Pb (mL)	0	0.1	0.2	0.4	2 μg/L Cd (mL)	0	0.2	0.4	0.6
Triton X-100(mL)	0.9	0.8	0.7	0.5	Triton X-100(mL)	0.9	0.7	0.5	0.3
血样(mL)	0.1	0.1	0.1	0.1	血样(mL)	0.1	0.1	0.1	0.1
加标浓度(μg/L)	0	10	20	40	加标浓度(μg/L)	0	0.4	0.8	1.2

1.4 仪器条件和参数

采用石墨炉原子化法进行实验，其中仪器光学参数和优化后的石墨炉升温程序分别参照表 2 和表 3、表 4。

表2 光学参数

元素	检测波长 (nm)	点灯方式	狭缝宽 (nm)	灯电流 (mA)
Pb	283.3	BGC-D2	0.7	10
Cd	228.8	BGC-D2	0.7	8

表3 Pb石墨炉升温程序（平台石墨管）

	温度 (°C)	时间 (s)	加热方式	灵敏度	气体流量
1	60	3	RAMP		0.10
2	150	40	RAMP		0.10
3	300	10	STEP		0.10
4	600	10	RAMP		1.00
5	700	3	RAMP		1.00
6	850	10	STEP		1.00
7	850	3	STEP	√	0.00
8	2200	3	STEP	√	0.00
9	2500	2	STEP		1.00

表4 Cd石墨炉升温程序（平台石墨管）

	温度 (°C)	时间 (s)	加热方式	灵敏度	气体流量
1	60	3	RAMP		0.10
2	150	40	RAMP		0.10
3	300	10	RAMP		0.10
4	650	10	RAMP		1.00
5	650	10	STEP		1.00
6	650	3	STEP	√	0.00
7	2200	3	STEP	√	0.00
8	2500	3	STEP		1.50

■ 结果与讨论

2.1 升温程序和进样体积

由于本方法采用将全血样品以 Triton X-100 稀释后直接进样的方式进行分析检测，血样里大量的蛋白等有机物的存在，使得样品兼具粘稠和基体复杂等不利分析的特点，因此在分析时，升温程序的优化显得至关重要：在干燥阶段，采用较为缓慢的升温速率可以避免样品飞溅；基体改进剂 Pd 盐的使用，可在灰化阶段可以采用较高的温度以及较长的灰化时间，以便更彻底的去除复杂的基体组分。

适当的减少进样体积，也可以较好的降低样品由于粘稠和基体复杂带来的不利影响，因此经过反复尝试后，将血铅检测的进样体积定为 15 μL ，血镉检测的进样体积定为 10 μL ，基体改进剂 Pd 盐（浓度为 50 mg/L）的进样体积为 5 μL 。

2.2 标准曲线及方程式

将按照“1.3 样品制备”所得的加标样品进样分析，以吸光度值为纵坐标，加标浓度为横坐标得校准曲线分别如图 1 和图 2 所示。

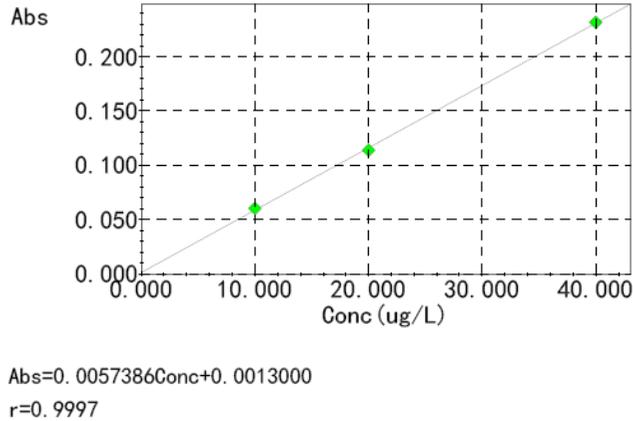


图1 Pb元素校准曲线

在加标浓度范围内，Pb 的吸光度与浓度有着良好的线性关系，相关系数为 $r=0.9996$ 。

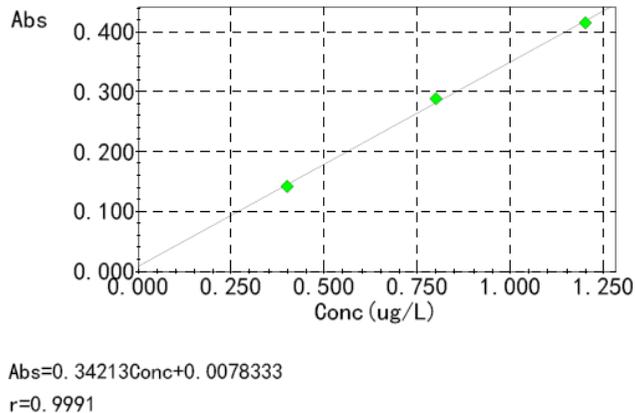


图2 Cd元素校准曲线

在加标浓度范围内，Cd 的吸光度与浓度有着良好的线性关系，相关系数为 $r=0.9991$ 。

2.3 样品检测结果和精密度

以标准加入法制备的校正曲线计算冻干全血铅、镉成分分析标准物质 GBW09139 中铅和镉的含量，并考察了重复测定结果的 RSD，具体结果见表 5。

表5 冻干全血标准样品中Pb和Cd测定结果

元素	检测含量 ($\mu\text{g/L}$)	稀释倍数	实样浓度 ($\mu\text{g/L}$)	参考浓度 ($\mu\text{g/L}$)	RSD(n=5) (%)
Pb	13.30	10	133.0	120 \pm 15	1.6
Cd	0.148	10	1.48	1.44 \pm 0.09	3.0

■ 结论

本文参照中国卫生行业标准 WS/T 20-1996 和 WS/T 34-1996，将血样以 0.2% Triton X-100 溶液稀释后，以标准加入法制作校准曲线，石墨炉原子吸收光谱法检测了血样中的铅和镉含量。以冻干牛血铅、镉标准物质 GBW09139 为质控样对方法进行了考察，所得结果与标准值相符，且多次测量的结果之间亦有较好的重复性。