

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB22/T332-2002

原子荧光光谱法测定生物材料中的铅

Determination of lead in biological materials

by Atomic Fluorescence spectroscopy

2002-11-25 发布

2002-12-01 实施

吉 林 省 质 量 技 术 监 督 局 发 布

前 言

铅是一种具有蓄积性的有害元素，在卫生监督监测领域中列为重点监测项目，现行劳动卫生标准中采用的火焰原子吸收光谱法、无火焰原子吸收光谱法和双硫腙比色法，无论在灵敏度，还是在精密度上均满足不了日益发展的检测要求，石墨炉原子吸收光谱法灵敏度高，但仪器价格昂贵，很难普及。本标准提出原子荧光光谱法测定生活饮用水中的铅，是对规范中的方法加以补充。

本标准由吉林省卫生厅提出。

本标准由吉林省技术质量监督局批准。

本标准由吉林省卫生厅委托技术归口单位吉林省卫生监测检验中心负责解释。

本标准起草单位：吉林省卫生监测检验中心、长春市南关区卫生防疫站。

本标准主要起草人：边疆、王振亚、张淑英、李长权、张朝晖。

吉林省地方标准

原子荧光光谱法测定生物材料中的铅 DB22/T332-2002

Determination of lead in biological materials by Atomic Fluorescence spectroscopy

1 范围

本标准规定了原子荧光光谱法生物材料中（尿液、血液和趾甲）的铅。

本标准适用于生物材料中（尿液、血液和趾甲）铅的含量。

本标准最低检测质量为 0.05ng，若取样 0.5g（或 mL）测定，最低检测质量浓度为 0.102 $\mu\text{g/kg}$ （或 $\mu\text{g/L}$ ）。

2 原理

在酸性介质中，样品中的铅与硼氢化钾（ KBH_4 ）或硼氢化钠（ NaBH_4 ）反应生成挥发性铅的氢化物（ PbH_4 ），以氩气为载气，将氢化物导入电热石英原子化器中原子化，在特制铅空心阴极灯照射下，基态铅原子被激发至高能态；在去活化回到基态时，发射出特征波长的荧光，其荧光强度与铅含量呈正比，根据标准系列进行定量。

3 试剂

除特殊规定外，本标准所用试剂均为分析纯试剂，实验用水为蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 盐酸（ $\rho_{20}=1.19\text{g/mL}$ ），优级纯。

3.2 草酸溶液（10g/L）：称取 1g 草酸，加入水中溶解并定容至 100mL，混匀。

3.3 铁氰化钾 $[\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 溶液（100g/L）：称取 10g 铁氰化钾，加水溶解并定容至 100 mL，混匀。

3.4 氢氧化钾溶液（5g/L）：称取 5g 氢氧化钾，溶于 1L 水中，混匀。

3.5 硼氢化钾溶液（20g/L）：称取 4g 硼氢化钾溶于 200 mL 氢氧化钾溶液（3.4）中，混匀。现用现配。

3.6 铅标准储备溶液 $[\rho(\text{Pb})=1000\mu\text{g/mL}]$ ：由国家标准物质研究中心购买。

3.7 铅标准使用溶液 $[\rho(\text{Pb})=0.1\mu\text{g/mL}]$ ：吸取铅标准储备溶液（3.6）5.00 mL 于 500 mL 容量瓶中，用水定容，混匀。此溶液为 $[\rho(\text{Pb})=1\mu\text{g/mL}]$ 。再吸取此溶液 10.00mL 于 100 mL 容量瓶中，用水定容，混匀。

3.8 饱和 NaOH 溶液。

3.9 0.5%酚酞乙醇溶液。

3.10 HNO_3 （优级纯）。

3.11 H_2O_2 （分析纯）。

4 仪器

AFS 系列双道原子荧光光谱仪（北京海光仪器公司）

微波消解仪

5 分析步骤

5.1 样品分析

称取 0.50~1.00g 或吸取 0.50~1.00mL 样品于消解罐中加入 1~2.00mL HNO_3 、0.5~1.00mL H_2O_2 ，盖好安全阀后，将消解罐放入微波消解系统中进行消化。消化完毕后，将消化样品移入 25mL 比色管，加入一滴酚酞用饱和 NaOH 溶液调到微红再用 1:1 盐酸调制成无色，加入 1:1 盐酸 1.0mL 及 1.0mL 草酸溶液，再加入 2.00mL 铁氰化钾溶液，用水稀释至 25mL，放置 30min，同时做空白。

5.2 标准曲线的绘制

吉林省质量技术监督局 2002-11-25 批准

2002-12-01 实施

吸取铅标准使用溶液(3.7) 0.00, 0.10, 0.20, 0.50, 1.00, 2.50 和 5.00mL 于一系列 25mL 比色管中, 加入盐酸(3.1) 0.25mL, 草酸溶液(3.2) 0.50mL, 再加入铁氰化钾溶液(3.3) 1.0mL, 用水定容至刻度, 摇匀, 待测。

5.4 测定

5.4.1 仪器配置

氩气气压 0.2Mpa; Ar, 流量: 800mL/min; 负高压: 300~360V; 灯电流: 60~80Ma; 原子化器高度: 8mm; 原子化器温度: 200℃; KBH_4 流速: 0.6~0.7mL/s; 加液时间: 5~6s; 积分时间 10s。

5.4.2 浓度测量方式

设定好仪器的最佳条件, 稳定 30min 后开始测量。连续用标准系列的零管进样, 待读数稳定后, 转入标准系列的测量, 绘制标准曲线; 尔后进行样品测量, 样品测量结果按以下公式计算。

5.4.3 仪器自动计算结果测量方式

设定好仪器的最佳条件, 在样品参数画面, 输入以下参数: 样品体积, 稀释体积, 并选择结果的浓度单位, 稳定 30min 后开始测量。连续用标准系列的零管进样, 待读数稳定后, 转入标准系列的测量, 绘制标准曲线; 在转入样品测量之前, 先进入空白值测量状态, 仪器取其均值作为扣底的空白值。随后即可依次测量样品溶液, 测定完毕后, 选择“打印报告”即可将测量结果自动打印。

6 计算

$$\rho = \frac{m_1}{m_2} \text{ (或 } V \text{)}$$

式中: ρ (Pb)—样品中铅的浓度, mg/L;

m_1 —从工作曲线上查得的样品管中铅的含量, μg ;

m_2 —生物材料样品的质量, g。

V —生物材料样品的体积, mL。

7 精密度和准确度

单个实验室的加标回收率(%)和相对标准偏差(%)如下:

低浓度加标 (0.001mg/L): 加标回收率: 89.8 ± 4.4 ; 相对标准偏差: 7.5。

中浓度加标 (0.005mg/L): 加标回收率: 95.2 ± 2.9 ; 相对标准偏差: 2.2。

高浓度加标 (0.010mg/L): 加标回收率: 100.7 ± 1.8 ; 相对标准偏差: 1.6。