

# WS

## 中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 18—1996

---

### 尿中铅的石墨炉原子吸收光谱测定方法

Urine—Determination of lead—Graphite  
furnace atomic absorption spectrometry

1996-10-14 发布

1997-05-01 实施

---



中华人民共和国卫生部 发布

# 中华人民共和国卫生行业标准

## 尿中铅的石墨炉原子吸收光谱测定方法

WS/T 18—1996

Urine—Determination of lead—Graphite  
furnace atomic absorption spectrometry

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了尿中铅的石墨炉原子吸收光谱测定方法。本法最低检测浓度为  $1 \mu\text{g/L}$ 。  
本标准适用于正常人和接触铅工人尿中铅的测定。

### 2 原理

尿样加基体改进剂后,在  $283.3 \text{ nm}$  波长下,直接用石墨炉原子吸收光谱法测定铅的含量。

### 3 仪器

- 3.1 原子吸收分光光度计,具石墨炉装置和背景校正装置。
- 3.2 铅空心阴极灯。
- 3.3 普通石墨管。
- 3.4 微量移液管,  $20 \mu\text{L}$ 、 $50 \mu\text{L}$  和  $100 \mu\text{L}$ 。
- 3.5 具塞塑料离心管,  $1.5 \text{ mL}$ 。
- 3.6 聚乙烯塑料瓶,  $250 \text{ mL}$ (广口)、 $100 \text{ mL}$ (细口)。
- 3.7 具塞聚乙烯塑料平底管,  $5 \text{ mL}$ 。
- 3.8 尿比重计。
- 3.9 玻璃和塑料器皿均用  $1+1$  硝酸浸泡过夜,冲洗干净,晾干后备用。

### 4 试剂

所用试剂除另有说明者外,均为分析纯级试剂。

- 4.1 实验用水:通过离子交换树脂除去离子比电阻大于  $600 \text{ k}\Omega \cdot \text{cm}$  的水或用石英亚沸蒸馏器重蒸馏所得的水。
- 4.2 硝酸,  $\rho_{20} = 1.42 \text{ g/mL}$ ,高纯。
- 4.3 抗坏血酸。
- 4.4 氨水,  $\rho_{20} = 0.88 \text{ g/mL}$ 。
- 4.5 磷酸二氢铵( $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ ),光谱纯。
- 4.6 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 。
- 4.7 金属铅,光谱纯。
- 4.8 基体改进剂,称取  $4.0 \text{ g}$  磷酸二氢铵溶于约  $20 \text{ mL}$  水中,加入  $6.0 \text{ g}$  抗坏血酸溶解后,用水稀释至  $100 \text{ mL}$ ,摇匀,贮存于细口聚乙烯塑料瓶中。
- 4.9 钼溶液,  $100 \text{ g/L}$ 。称取  $18.4 \text{ g}$  钼酸铵溶于约  $50 \text{ mL}$  水中,加入  $8 \text{ mL}$  氨水(4.4),用水稀释至

100 mL, 摇匀。贮存于细口聚乙烯塑料瓶中。

4.10 铅标准溶液, 称取 0.100 0 g 金属铅, 加入约 10 mL 水和 1 mL 硝酸(4.2), 加热溶解后, 用水稀释至 100 mL, 此溶液 1 mL=1.0 mg 铅。临用前, 以基体改进剂(4.8)逐级稀释成 1 mL=0.2 μg 铅的标准应用溶液。贮存于聚乙烯塑料瓶中。

4.11 质控样, 用标准尿样、接触者混合尿或加标的正常人混合尿、加标的模拟尿作质控样。

## 5 采样、运输和保存

用广口聚乙烯塑料瓶收集一次尿样约 100 mL, 尽快测量比重后, 取 5 mL 尿置于 5 mL 聚乙烯塑料平底管中, 加 0.05 mL 硝酸(4.2), 摇匀。可在室温下尽快运输, 夏季运输时最好冷藏。于普通冰箱中可保存两周。分析前要将尿样彻底摇匀。

## 6 分析步骤

### 6.1 仪器操作条件

参照下列仪器操作条件, 将原子吸收分光光度计调节到最佳测定状态。

波 长	283.3 nm	干 燥	45~70℃/40 s
狭 缝	1.3 nm	灰 化	450℃/30 s
灯电流	7.5 mA	原子化	1 950℃/7 s
进样量	10 μL	清 洗	2 050℃/3 s
载气(Ar)	150 mL/min(原子化时停气)		
背景校正	塞曼效应或自吸效应或氘灯		

### 6.2 石墨管处理

在普通石墨管中加入 20 μL 铅溶液(4.9), 在载气流量为 100 mL/min, 温度为 45~70℃下干燥 50 s, 在 450℃灰化 30 s, 在 1 950℃原子化 7 s。重复此操作共 10 次。经涂铅处理后的石墨管内壁底部呈灰白色。

### 6.3 对照试验、空白试验和质量控制

取正常人混合尿、水和质控样, 按 6.4 步骤进行处理, 按仪器操作条件(6.1)与样品同时进行测定。测得值分别为对照、空白和质控样的吸光度(峰高)。

### 6.4 样品处理

采集的尿样放置室温后, 充分混匀, 吸取 0.20 mL 置于塑料离心管(3.5)中, 加入 0.20 mL 基体改进剂(4.8), 混匀后即可直接测定。

### 6.5 标准曲线的绘制

取 6 个塑料离心管, 按下表配制标准管。

尿铅标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
铅标准应用溶液(4.10), mL	0.00	0.03	0.06	0.09	0.12	0.15
基体改进剂(4.8), mL	0.20	0.17	0.14	0.11	0.08	0.05
正常人混合尿, mL	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
铅浓度, μg/L	0	15	30	45	60	75

按仪器操作条件(6.1)各取 10 μL 标准管溶液进样。以标准管的铅浓度为横坐标, 测得的吸光度(峰高)减去对照管的吸光度(峰高)后作为纵坐标, 绘制标准曲线。

### 6.6 样品测定

按仪器操作条件(6.1)测定样品管(6.4), 将测得的吸光度(峰高)减去空白管的吸光度(峰高)后, 由标准曲线查得稀释尿样中铅的浓度。在测定前后以及每测定 10 个样品后, 测定一次质控样。

## 7 计算

7.1 按式(1)计算尿样换算成标准比重(1.020)下的浓度校正系数  $k$ 。

$$k = \frac{1.020 - 1.000}{\text{实测比重} - 1.000} \quad \dots\dots\dots(1)$$

7.2 按式(2)计算尿中铅的浓度。

$$X = c \cdot k \cdot d \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $X$ ——尿中铅的浓度,  $\mu\text{g/L}$ ;

$c$ ——由标准曲线查得的稀释尿样中铅的浓度,  $\mu\text{g/L}$ ;

$d$ ——尿样稀释倍数。

## 8 说明

8.1 本法的最低检测浓度为  $1 \mu\text{g/L}$ , 特征浓度为  $1.3 \mu\text{g/L}$ 。线性范围  $0 \sim 75 \mu\text{g/L}$  稀释尿样。本法的批内精密度  $CV = 5.6\% \sim 2.8\%$  (尿铅浓度为  $28.3 \sim 128.7 \mu\text{g/L}$ ,  $n = 6$ ), 批间精密度  $CV = 8.2\% \sim 2.0\%$  (尿铅浓度为  $17.4 \sim 120.7 \mu\text{g/L}$ ,  $n = 6$ ), 加标回收率为  $92\% \sim 105.3\%$  (尿铅浓度为  $29 \sim 93 \mu\text{g/L}$ ), 用本法测定 NBS 标样 SRM 2670 中的铅, 相对误差为  $1.2\%$ 。

8.2 尿样采集时间不限, 采尿样时要脱离现场环境, 换下工作服, 搞好个人卫生后, 在洁净的房间内留尿, 以防环境中铅的污染。

8.3 所用的仪器和石墨管的性能及其使用的次数都对测定有影响, 应将仪器操作条件调整到最佳测定状态。背景校正器为塞曼效应或自吸效应的原子吸收光谱仪, 未经涂铂处理的普通石墨管亦适用, 原子化温度为  $2000^\circ\text{C}$ ,  $7 \text{ s}$ 。

8.4 当  $\text{Na}^+$  和  $\text{Cl}^-$  浓度为  $8000 \mu\text{g/mL}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$  和  $\text{Mg}^{2+}$  为  $2500 \mu\text{g/mL}$ ,  $\text{K}^+$  和  $\text{SO}_4^{2-}$  为  $8000 \mu\text{g/mL}$ ,  $\text{Al}^{3+}$  为  $250 \mu\text{g/mL}$  时, 对本法无干扰。

8.5 尿样含铅量超出测定范围, 可将尿样以模拟尿适度稀释后测定。

8.6 所用试剂应采用优级纯以上规格, 以降低空白值, 提高分析灵敏度。

8.7 基体改进剂(4.8)中含有容易被氧化的抗坏血酸, 需要避光保存。基体改进剂在  $4^\circ\text{C}$  可保存一个月以上。

8.8 铅标准应用溶液(4.10)在  $4^\circ\text{C}$  可保存一个月以上。亦可用硝酸铅配制铅标准溶液。

8.9 质控样使用标准尿样和加标的模拟尿时, 可考察准确度和精密度。使用接触者尿或正常尿时可考察精密度。但人尿不易久存。模拟尿只含人尿的大量成分。

### 附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由上海医科大学预防医学研究所负责起草。

本标准主要起草人潘志擎。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。