

## 两种检测方法对测定职业接触者血铅的对比研究

叶裕正, 杨粤

深圳市大鹏新区疾病预防控制中心检验科, 广东 深圳 518119

**摘要:** **目的** 建立职业接触者血铅测定的微分电位溶出法(Differential potentiometric stripping method, DPDD)和氢化物发生原子荧光法(Hydride generation atomic fluorescence method, HGAF), 并对两种方法进行比较。**方法** 用DPDD法与HGAF法分别检测同一批职业接触者血清样品以及标准质控样品, 以DPDD法为标准方法, 以HGAF法为参比法, 分析两种检测方法的相关性和相对误差。**结果** 对血清样品的检测, 两种方法高度符合( $r=0.996, P<0.05$ ), DPDD法的相对标准偏差为2.6%, 加标回收率为 $(94.5\pm 2.8)\%$ ; HGAF法相对标准偏差为2.8%, 加标回收率为 $(100.0\pm 6.4)\%$ , 两者差异无统计学意义( $P>0.05$ )。两种方法质控样的检测结果均在允许范围内, 且差异无统计学意义( $P>0.05$ )。**结论** DPDD法与HGAF法检测血铅均具有较高的准确性, 且一致性良好, 能够满足血铅检测的要求, 但HGAF法仪器价廉, 分析速度快, 对检测操作要求简单, 适合基层单位快速检测的需要。

**关键词:** 微分电位溶出法; 氢化物发生原子荧光法; 血铅; 职业接触者

中图分类号: R155.5 文献标识码: A 文章编号: 1009-9727(2015)10-1278-03 DOI: 10.13604/j.cnki.46-1064/r.2015.10.39

### A comparative study of two detection methods on the determination of blood lead of the occupation exposure

YE Yu-zheng, YANG Yue

Department of Clinical laboratory, Center for Disease Control and Prevention of Dapeng New District, Shenzhen 518119, Guangdong, P.R. China

**Abstract:** **Objective** To set up a determination of blood lead for occupation exposure by differential potentiometric stripping method and hydride generation atomic fluorescence method, and to compare the two methods. **Methods** The serum samples and standard quality control samples of the same batch of occupation exposure were detected by differential potentiometric stripping method and hydride generation atomic fluorescence spectrometry, differential potentiometric stripping method as the standard method, hydride generation atomic fluorescence spectrometry as reference method, the correlation and relative error of two methods were analyzed. **Results** Detection with serum samples, two kinds of methods almost the same ( $r=0.996, P<0.05$ ), the analysis error of differential potentiometric stripping was 2.6%, and the analysis error of hydride generation atomic fluorescence spectrometric method was 2.8%, addition standard recovery rate were  $(94.5\pm 2.8)\%$ ,  $(100.0\pm 6.4)\%$ , respectively, there was no significant difference between the two methods ( $P>0.05$ ). Two methods for detecting quality samples results were within the allowable range, and there was no significant difference ( $P>0.05$ ). **Conclusion** The differential potentiometric stripping method and hydride generation atomic fluorescence spectrometric method have high accuracy and good consistency, and can meet the requirements of blood lead detection. The hydride generation atomic fluorescence method instrument is cheap with fast speed of analysis, and the require of detection operation is simple, which is suitable for the rapid detection of the grass-roots units.

**Key words:** Differential potentiometric stripping method; Hydride generation atomic fluorescence spectrometry method; Blood lead; Occupation exposure

慢性血铅中毒是最常见的职业性疾病之一, 我国环境污染和环境破坏条件下, 因环境接触引起的血铅中毒也逐年增加, 因此, 增强基层单位和疾病中心对于各地区人群血铅的监测对于预防治疗血铅中毒尤为重要<sup>[1]</sup>。目前, 常用的血铅检测方法为石墨炉原子吸收光谱测定法和微分点位溶出测定法(DPDD)<sup>[2]</sup>。然而, 上述方法检测成本较高, 检测操作复杂, 不利于在基层单位的普及推广。近年来, 氢化物发生原子荧光法(HGAF)因分析速度快、仪器成本低、操作简单受

到广泛关注, 但与另外两种标准检测方法准确性的研究尚不多见<sup>[3]</sup>。现采用DPDD法与HGAF法测定职业接触者血清及质控样的血铅值, 并进行比较。

### 1 材料与方法

#### 1.1 材料

1.1.1 检测仪器 DPDD法采用MP-2型溶出分析仪(山东电讯七厂有限责任公司), 玻碳电极; HGAF法则采用AFS230a型双道原子荧光光度计(北京吉天仪器有限公司), 铅空心阴极灯, 漩涡振荡器。

1.1.2 检测试剂 冻干牛血铅、镉质控样(GBW09139H),由中国疾病预防控制中心职业卫生所与中毒控制所生产,铅标识值为 $(120 \pm 15) \mu\text{g/L}$ 。铅单元素溶液标准物质(GBW08619),由中国计量科学研究院产生,浓度为 $(1000 \pm 2) \mu\text{g/mL}$ ,用1%(v/v) $\text{HNO}_3$ 逐级稀释为 $1000 \mu\text{g/L}$ ;血铅底液、镀膜银由山东电讯七厂有限责任公司提供;硝酸、高氯酸、氢氧化钠、盐酸、硼氢化钠均为优级纯,铁氰化钾为分析纯。反应剂的配置:将5g氢氧化钠溶于100 mL水中,加入5g硼氢化钠,10 g铁氰化钾溶于100 mL水中,将两溶液合并定容至500 mL。实验用水为超纯水机制造的高纯水。

## 1.2 方法

1.2.1 仪器操作条件 MP-2型溶出分析仪工作条件:上限电位-0.9V,下限电位-0.3V,电解电位-1.10V,搅拌时间40s,富集时间40s,灵敏度15。AFS230a型双道原子荧光光度计工作条件:光电倍增管负高压260V;原子化器高度8 mm;原子化器温度200 ℃;灯电流70 mA;载气流量400 mL/min;屏蔽气流量800 mL/min;读数时间13.5s,延时0.5s。

1.2.2 血样采集和处理 采集油漆厂、印刷厂、电池厂等20位职业接触者的血样,以肝素钠抗凝真空管采集3mL血样,并摇晃均匀,至4℃冰箱保存,保存时间不超过2周。取2.0mL血铅底液并加入20 $\mu\text{L}$ 全血,混匀静置5min,上MP-2型溶出分析仪测定。质控样的检测同职业接触者血样。取1mL均匀血样,加入4 mL硝酸及1 mL高氯酸,加热到200 ℃蒸干,加少许水和1滴指示剂,用氢氧化钠调至变色点,加入4%草酸1.0 mL、10%盐酸2.0 mL,用水定容至10 mL,上AFS230a型双道原子荧光光度计检测。质控样的检测同职业接触者血样。

1.2.3 评价方法 按照检测步骤测定11次试剂空白,从而获得两种检测方法的检出限。用标准血样分

别测定7次,从而获得检测方法的相对标准偏差(RSD)。以20、50、100三个浓度水平进行加标回收实验。用质控样分别测定6次,获得两种方法检测的相对误差。用两种方法检测抽取的20份职业接触者血样血铅值,以DPDD法测定结果为X值,以HGAF法测定结果为Y值,采用简单线性回归分析的方法获得两种检测方法的相关性。

1.3 统计学方法 采用SPSS14.0进行统计学分析,对相对误差、加标回收率、检出限、RSD等计量资料采用 $t$ 检验,两种方法检测的相关性分析采用简单线性回归分析的方法,计量资料采用 $(\bar{x} \pm s)$ 表示,检验水准设定为 $\alpha=0.05$ , $P < 0.05$ 为差异有统计学意义。

## 2 结果

2.1 两种检测方法对铅检出限 DPDD法标准偏差、检出下限(LOD)、定量下限(LOQ)分别为0.15%、 $0.55 \mu\text{g/L}$ 、 $2.55 \mu\text{g/L}$ ,HGAF法标准偏差、LOD、LOQ分别为0.17%、 $0.60 \mu\text{g/L}$ 、 $2.65 \mu\text{g/L}$ 。

2.2 两种检测方法精密度的比较 7次测定的结果表明HGAF法的相对标准偏差(RSD)为2.5%,稍低于DPDD法的4.4%,差异无统计学意义( $\chi^2=1.265$ ,  $P > 0.05$ )。

2.3 两种检测方法加标回收率的比较 两种方法的加标回收率均在92.0%~105.0%之间,见表1。

2.4 两种方法质控样测定结果的比较 DPDD法和HGAF法分6次检测质控样的相对标准偏差分别为2.6%和2.8%,结果比较差异无统计学意义( $\chi^2=0.968$ ,  $P > 0.05$ )。

2.5 两种检测方法对职业接触者血样检测相关性的分析 以简单线性回归分析结果表明两种检测方法结果间具有显著相关关系( $r=0.996$ ,  $P < 0.05$ ),回归方程 $Y=1.002X+0.003$ 。

## 3 讨论

表1 两种检测方法加标回收率的比较

Table1 The comparison of two methods of detection and recovery rates

样品号	本底值 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标值 ( $\mu\text{g/L}$ )	DPDD			HGAF		
			测定均值( $\mu\text{g/L}$ )	RSD(%)	回收率(%)	测定均值( $\mu\text{g/L}$ )	RSD(%)	回收率(%)
1	5.5	20.0	24.4	2.5	92.1	26.8	2.6	104.8
2	5.5	50.0	54.9	2.3	93.7	52.6	3.0	92.7
3	5.5	100.0	103.9	2.8	97.6	108.4	3.5	102.5

铅是非常重要的工业原料,在冶金、印刷、炼油等工业领域均广泛应用。然而,由于我国职业防护意识的缺乏和相关法律法规的不完善,导致了职业性慢性铅中毒的发生率的持续高位<sup>[4]</sup>。除了职业性铅中毒外,由于含铅汽油的应用导致汽车尾气中铅直接排

向大气,燃煤中也含有大量的铅尘,烟草、膳食、化妆品、中草药中铅的含量也不能忽视,上述的种种原因导致了非职业性铅中毒的发生率不断升高。张敏莉<sup>[5]</sup>调查了西南地区600例成人血铅水平,结果表明平均血铅浓度达81.17%,超过 $100 \mu\text{g/L}$ 的达75例,占

12.5%,达到了轻中度铅中毒水平。铅中毒可引起人体多器官的功能受损,包括消化系统的损害,如牙龈、口唇等处“铅线”的形成,胃溃疡形成,食欲下降,顽固性便秘等,除此之外,铅中毒还可导致血液系统、神经系统、生殖系统等多种系统的损害<sup>[6]</sup>。因此,控制职业性铅中毒和非职业性铅中毒对于提高我国人民健康水平十分重要。

血铅的检测和监测是预防和控制铅中毒的前提条件和重要手段。目前标准的血铅检测方法为原子吸收石墨炉法和DPDD法<sup>[7]</sup>。本研究则比较了近年来发展的HGAF法与DPDD法之间检测结果的一致性和准确性。两种检测方法结果比较均无显著差异,均符合《血铅临床检验技术规范》中的各项技术指标<sup>[8]</sup>。但两种方法各有其相应的优势,适用于不同的检测环境,HGAF法线性范围宽,机体干扰低,分析速度快,仪器购置费用和维护费用低,但对检测样品酸碱度要求苛刻,因此消解后应用氢氧化钾调节pH,再准确加入盐酸定容,使标准液和测定液的酸碱度一致<sup>[9]</sup>。DPDD法取血液样品直接加到血铅底液中便可直接上机测试,但其样品未经消化,在配置标准曲线时,应当注意标准背景与样品背景的一致性,而未经消化样品也有可能影响进样的精确性<sup>[10]</sup>。而HGAF法则不具有上述问题,且仪器价格较低、成本维护费用低廉,可应用于开展大规模血铅普查检测工作。

综上所述,DPDD法与HGAF法检测血铅均具有较高的准确性,且一致性良好,能够满足血铅检测的要求,但HGAF法仪器价廉,分析速度快,对检测操作要求简单,适合基层单位快速检测的需要。

#### 参考文献

- [1] 马晓钟,许兵,张耕.石墨炉原子吸收光谱法直接稀释测定血铅方法探讨[J].公共卫生与预防医学,2012,23(3):96-97.
- [2] 王芬,魏强,任有霞,等.两种方法测定血铅结果的比对[J].疾病预防控制中心通报,2013,28(6):71-72.
- [3] 孙湛,张瑛,于志刚,等.3种血铅检测方法比较[J].中国职业医学,2013,40(1):73-74.
- [4] 李凤贞,崔勇,黄志广.铅职业接触者中血铅检测的质量控制[J].公共卫生与预防医学,2013,24(1):39-41.
- [5] 张敏莉.成人600例血铅检测结果分析[J].重庆医学,2014,43(4):480-481.
- [6] 尹之全,姜严,牛丽凤.石墨炉原子吸收光谱法检测全血铅的研究进展[J].微量元素与健康研究,2010,27(1):59-60.
- [7] 刘晓芳,徐鸿,尹丽,等.石墨炉原子吸收光谱法测定麦味地黄丸中铅和镉含量[J].新疆医科大学学报,2014,19(11):1473-1476.
- [8] 张钦龙,高舸.持久性化学改进剂铈用于电热原子吸收光谱法测定血中痕量铅[J].现代预防医学,2011,38(5):921-923.
- [9] 薛鸣,任韧,吴龙,等.2011至2012年杭州地区蓄电池行业业务接触铅工人血铅水平[J].中华劳动卫生职业病杂志,2014,32(4):282-283.
- [10] 唐宏荣.某铅冶炼厂铅作业人员健康危害调查[J].工业卫生与职业病,2008,34(3):167-168.

收稿日期:2015-05-27 编辑:符式刚

## 外文字母的编写规范

1、应正确使用外文字母的正斜体、黑白体、大小写和上下角标,以免发生误解,如“t”(吨)与“t”(时间)、“V”(伏[特])和“V”(体积)不可混淆。

2、外文字母正体的常用场合:①计量单位符号和SI词头。②数学式中的运算符号、指数和对数函数符号、特殊常数符号、缩写符号等,如 $\Sigma$ (连加), $e$ 、 $\ln$ (自然对数), $\lg$ (常用对数), $\lim$ (极限), $\pi$ (圆周率), $\max$ (最大值), $\min$ (最小值)等。③生物学中亚族以上(含亚族)的拉丁文学名及定名人。④化学元素符号。⑤仪器、元件、样品等的型号或代号。⑥用作序号和编号的字母,如附录A,组B。⑦外文的人名、地名和机关名以及缩略语、首字母缩写词等。

3、外文字母斜体的常用场合:①所有的量符号和量符号中代表量及变动性数字的下角标符号。②用字母代表的数和一般函数。③统计学符号。④生物学中属以下(含属)的拉丁文学名。⑤化学中表示旋光性、分子构型、构象、取代基位置等的符号,如左旋l-,右旋d-,外消旋dl-,D构型,L构型,邻位o-,对位p-,顺式Z-,反式E-等。⑥基因符号中的拉丁字母(注:基因符号用大写拉丁字母表示或由大写拉丁字母与阿拉伯数字组合而成)。⑦在文章中引用的外文书名、刊名和中文书名、刊名的汉语拼音名称(不使用汉语书名号“《》”,应用斜体)。⑧中药方剂的汉语拼音名称。

本刊编辑部