



中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 307.2—2018

尿中镉的测定 第2部分：电感耦合等离子体质谱法

Determination of cadmium in urine—

Part2:Inductively coupled plasma mass spectrometry method

2018-08-16 发布

2019-01-01 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布

前 言

根据《中华人民共和国职业病防治法》制定本标准。

GBZ/T 307《尿中镉的测定》分为两个部分：

- 第1部分：石墨炉原子吸收光谱法；
- 第2部分：电感耦合等离子体质谱法。

本部分为GBZ/T 307的第2部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分主要起草单位：中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所、广东省职业病防治院、江苏省疾病预防控制中心、山东省职业卫生与职业病防治研究院。

本部分主要起草人：潘亚娟、丁春光、张爱华、董明、朱醇、刘德晔、许光。

尿中镉的测定 第2部分：电感耦合等离子体质谱法

1 范围

GBZ/T 307的本部分规定了测定尿中镉的电感耦合等离子体质谱法。
本部分适用于职业接触人员尿中镉的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GBZ/T 295 职业人群生物监测方法 总则

3 原理

尿液样品（以下称尿样）用0.5%硝酸溶液直接稀释，以铑（Rh，10.0 μg/L）作为内标，用电感耦合等离子体质谱法测定稀释液中镉的浓度。

4 仪器

- 4.1 具盖聚乙烯塑料瓶：100 mL。
- 4.2 容量瓶：10 mL。
- 4.3 聚乙烯离心管：15 mL。
- 4.4 微量移液器：量程100 μL~1000 μL。
- 4.5 电感耦合等离子体质谱联用仪：配自动进样器。

仪器操作参考条件：

- a) 冷却气流速：12.5 L/min；
- b) 辅助气流速：0.70 L/min；
- c) 雾化气流速：0.88 L/min；
- d) 蠕动泵速：30 r/min；
- e) 雾化器温度：3 ℃。

注：提供以上条件是为方便标准使用者，如条件变更，应达到同等效果。

5 试剂

- 5.1 去离子水。

- 5.2 硝酸, 优级纯, $\rho_{20}=1.42 \text{ g/mL}$ 。
- 5.3 硝酸溶液, 0.5% (体积分数)。
- 5.4 空白尿样: 不接触镉的正常人尿, 按 100+1 的比例加入硝酸, 混匀。
- 5.5 标准溶液: 采用国家认可的镉、铊单元素标准溶液。

6 样品的采集、运输和保存

- 6.1 用具盖聚乙烯塑料瓶收集尿样 100 mL, 按体积 100:1 的比例加入硝酸, 混匀后, 尽快测定尿肌酐。
- 6.2 样品空白: 随机抽取与样品采集同批号的采尿容器 2 份, 并加入与样品采集量相当的水作为样品空白, 与样品同时运输和保存。
- 6.3 样品运输: 将采集后的样品和样品空白置于清洁容器中冷藏运输。
- 6.4 样品保存: 于 4 °C 下可保存 2 个月。

7 分析步骤

7.1 尿镉标准系列的配制

用 0.5% 硝酸溶液将镉单元素标准溶液稀释成 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 镉标准应用液, 再配成浓度为 0.0 $\mu\text{g/L}$ 、0.2 $\mu\text{g/L}$ 、1.0 $\mu\text{g/L}$ 、5.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 镉标准溶液系列 (介质为 0.5% 硝酸溶液)。

7.2 尿镉样品及样品空白的预处理

将尿镉样品或样品空白取出, 恢复到实验室温度。充分振摇混匀, 取出 0.50 mL, 置于 15 mL 聚乙烯离心管内, 加入 4.50 mL 0.5% 硝酸溶液, 摇匀待测, 其余处理步骤同上。同时作试剂空白, 同样品处理。

7.3 尿镉标准系列、样品及样品空白的测定

- 7.3.1 尿镉标准系列的测定: 将仪器调整到最佳测定状态, 测定各标准溶液, 每个浓度重复测定 2 次。以计数值对相应的镉浓度 ($\mu\text{g/L}$) 绘制工作曲线或计算回归方程。
- 7.3.2 样品及样品空白的测定: 用测定工作系列的操作条件测定样品及样品空白, 测得的计数值减去试剂空白计数值后, 由标准曲线或回归方程计算镉的浓度 ($\mu\text{g/L}$)。

7.4 检测过程质量控制

- 7.4.1 空白测定结果应小于检出限。当检测结果大于检出限时, 表明样品在采集、运输和存储过程中受到污染, 批量样品应作废。
- 7.4.2 尿液样品检测前应同时测定高低两个水平的尿镉质量控制样品, 该质量控制样品的处理与样品处理应同批进行。在测定尿镉标准系列并绘制标准曲线后, 先测定质量控制样品, 如质量控制样品的测定结果落在给定范围内, 可进行样品测定。每测定 10 个样品后应重复测定质量控制样品。当测定结果超出给定范围时, 应将前 10 个样品重新测定。

8 计算

按式(1)计算尿样中镉的浓度:

$$C = \frac{C_0 \times F}{C_r} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C — 尿中镉的浓度, 单位为微克每克肌酐 ($\mu\text{g/g}$ 肌酐);

C_0 — 由工作曲线或回归方程得的尿样中镉的浓度, 单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$);

F — 样品稀释倍数。

C_r — 尿中肌酐浓度, 单位为克每升 (g/L)。

9 说明

9.1 本法的检出限为 $0.08 \mu\text{g/L}$, 定量下限为 $0.30 \mu\text{g/L}$; 测定范围 $0.30 \mu\text{g/L} \sim 200.0 \mu\text{g/L}$ 。相对标准偏差范围为 $1.0\% \sim 1.6\%$ ($n=6$)。

9.2 容量瓶等用品均需要经 1:1 的硝酸溶液浸泡过夜, 依次用自来水、实验用水清洗, 并采用加入 1%硝酸溶液作为待测液的方法进行本底检测, 检测结果应小于检出限。具盖聚乙烯塑料瓶、具塞聚乙烯离心管和微量取液器吸头等一次性使用的用品也应经本底抽检合格方可使用。

9.3 检测过程的质量控制应按照 GBZ/T 295 的要求进行。