

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 303—2018

代替 WS/T 18—1996

尿中铅的测定 石墨炉原子吸收光谱法

Determination of lead in urine—
Graphite furnace atomic absorption 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。

本标准代替WS/T 18—1996《尿中铅的石墨炉原子吸收光谱测定方法》。

与WS/T 18—1996相比，主要修改如下：

- 仪器操作条件改为仪器操作参考条件；
- 改进了基体改进剂、标准配制、测定范围；
- 补充了样品稀释的要求。

本标准主要起草单位：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、山东省劳动卫生与职业病研究院、江苏省疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：张敬、张爱华、许光、朱醇、张志虎。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

- WS/T 18—1996。

尿中铅的测定 石墨炉原子吸收法

1 范围

本标准规定了测定尿中铅的石墨炉原子吸收法。
本标准适用于职业接触人员尿中铅的测定。

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

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

3 原理

尿液样品(以下称尿样)加氯化钫基体改进剂后,在 283.3 nm 波长下,用石墨炉原子吸收光谱法测定铅的浓度。

4 仪器

4.1 具盖聚乙烯塑料瓶,100 mL。

4.2 具塞聚乙烯离心管,1.5 mL。

4.3 容量瓶,10 mL。

4.4 微量加样器,200 μL ,1000 μL 。

4.5 原子吸收分光光度计,具石墨炉、背景校正和铅空心阴极灯。仪器操作参考条件见表 1。

表 1 仪器操作参考条件

步骤	温度 ℃	升温时间 <i>s</i>	停留时间 <i>s</i>	载气流量 mL/min
干燥	90	1	30	250
干燥	120	15	30	250
灰化	800	10	20	250
原子化	1900	0	5	0
清除	2100	1	3	250

5 试剂

- 5.1 实验用水：按照 GB/T 6682 执行。
- 5.2 硝酸， $\rho_{20}=1.42$ g/mL，优级纯。
- 5.3 硝酸溶液，1 % (体积分数)。
- 5.4 基体改进剂：0.33 g 氯化钡 (优级纯) 加热微溶于 10 mL 硝酸中，摇匀，用水稀释至 500.0 mL。贮存于棕色试剂瓶中，于冰箱内可避光保存一年。
- 5.5 正常人尿：不接触铅的正常人尿。
- 5.6 铅标准溶液：采用具有国家标准物质证书号的铅单元素溶液标准物质。
- 5.7 铅标准应用液：用 1 % 硝酸将铅标准溶液稀释成 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 的铅标准应用溶液。

6 样品的采集、运输和保存

- 6.1 样品的采集：用具盖聚乙烯塑料瓶收集一次尿样约 50 mL。尽快测量比重后，按照 1 % 的比例加入硝酸，混匀。
- 6.2 样品空白：取 5 mL 1 % 硝酸置于具塞塑料管中，为样品空白。
- 6.3 样品及样品空白应放置在干净的容器中，在冷藏条件下运输。于冰箱内 -18°C 冷冻可保存 1 个月。

7 分析步骤

7.1 铅工作曲线标准系列的配制

取 7 只 10 mL 容量瓶分别加入 0.00 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.80 mL、1.20 mL、1.60 mL、2.00 mL 铅标准应用液，各加氯化钡基体改进剂至 10 mL，配置成 0.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、40.0 $\mu\text{g/L}$ 、80.0 $\mu\text{g/L}$ 、120.0 $\mu\text{g/L}$ 、160.0 $\mu\text{g/L}$ 、200.0 $\mu\text{g/L}$ 铅标准系列，具体见表 2。

表 2 铅工作曲线标准系列的配制

管号	0	1	2	3	4	5	6
铅标准应用溶液/mL	0.00	0.20	0.40	0.80	1.20	1.60	2.00
基体改进剂/mL	10.0	9.80	9.60	9.20	8.80	8.40	8.00
铅浓度/ $(\mu\text{g/L})$	0.0	20.0	40.0	80.0	120.0	160.0	200.0

进样前将铅标准系列与正常人尿样按照相同比例进行处理，制备成铅工作曲线标准系列。

7.2 铅工作曲线标准系列，样品及空白的处理方法

7.2.1 铅工作曲线标准系列预处理方法

分别取各管标准溶液 0.2 mL 于具塞聚乙烯离心管中加入 0.2 mL 正常人尿，混匀后供测定。

7.2.2 样品预处理方法

将酸化的尿样从冰箱中取出，恢复到室温后，充分摇匀。吸取 0.2 mL 于具塞聚乙烯离心管中加入 0.2 mL 氯化钡基体改进剂，混匀后供测定。当样品浓度超过线性范围时需将样品进行适当稀释后进样。稀释样品时应注意样品、空白及标准系列处理方法应保持一致。测定结果无需计算稀释倍数。

7.2.3 空白预处理方法

取 0.2 mL 1 %硝酸于具塞聚乙烯离心管中加入 0.2 mL 氯化钡基体改进剂，混匀后供测定。

7.3 铅工作曲线标准系列、样品及空白的测定

7.3.1 铅工作曲线标准系列测定

参照仪器操作条件，将原子吸收分光光度计调整到最佳测定状态。进样 10 μ L，测定各标准管的吸光度；从 1~6 号管的吸光度值中减去 0 号管的吸光度值后。以吸光度对铅浓度 (μ g/L) 绘制工作曲线计算回归方程。

7.3.2 样品及空白的测定

用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和空白溶液，由样品的吸光度值减去空白的吸光度值，由工作曲线或回归方程得尿样中铅浓度 (μ g/L)。

7.3.3 质量控制

依据 GBZ/T 173，用冻干人尿铅国家标准物质作为质量控制样品。质控样品的处理、测定与标准系列及样品的处理、测定一致。在测定样品前后以及每测定 10 个样品之间，测定一次质控样，以控制样品检测的准确性。

8 计算

按式 (1) 计算尿样的铅浓度：

$$C = C_0 \times k \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C —— 尿中铅的浓度，单位为微克每升 (μ g/L) ；

C_0 —— 工作曲线或回归方程得的尿样扣除空白后铅的浓度，单位为微克每升 (μ g/L) ；

k —— 尿样换算成标准比重(1.020)下的浓度校正系数。

9 说明

9.1 本法的最低检出浓度为 1.0 μ g/L；定量下限为 3.0 μ g/L。测定范围为 3.0 μ g/L~200 μ g/L；批内相对标准偏差为 1.0 %~2.6 % ($n=6$)，批间相对标准偏差为 1.6 %~3.9 % ($n=6$)；加标回收率为 97 %~104.1 %。

9.2 本法所用的基体改进剂中的氯化钡与铅形成稳定的络合物，铅不易在灰化过程中损失，因此灰化温度可以提高到 700 $^{\circ}$ C~900 $^{\circ}$ C，在此温度下，尿样中的大部分干扰成份被清除。

- 9.3 所用容器及实验用品均需经 1:1 的硝酸溶液浸泡过夜，用水及蒸馏水冲洗干净备用。
- 9.4 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。
- 9.5 尿样中铅浓度超过测定范围时，可将工作曲线范围提高到 400.0 $\mu\text{g/L}$ ，按照 3 倍稀释（0.2 mL 尿样，加入 0.2 mL 基体改进剂加 0.2 mL 1 %硝酸混匀）、4 倍稀释（0.2 mL 尿样，加入 0.2 mL 基体改进剂加 0.4 mL 1 %硝酸混匀）或 5 倍稀释（0.2 mL 尿样，加入 0.2 mL 基体改进剂加 0.6 mL 1 %硝酸混匀）进行测定。同时样品、空白及标准系列处理方法应保持一致。测定结果无需计算稀释倍数。
- 9.6 整个检测过程的质量保证应按照 GBZ/T 295 的要求进行。
-