

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 305—2018

尿中锰的测定 石墨炉原子吸收光谱法

Determination of manganese 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。

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准主要起草单位：深圳市职业病防治院、广东省职业病防治院、深圳市罗湖区疾病预防控制中心、深圳市盐田区疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：黄先青、李添娣、张文、负建培、张爱华、董明、赖少阳、叶敏、曹小云、吕海燕。

尿中锰的测定 石墨炉原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了测定尿中锰的石墨炉原子吸收光谱法。
本标准适用于职业接触人员尿中锰的测定。

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1%硝酸溶液稀释后,在279.5 nm波长下,直接用石墨炉原子吸收光谱法测定尿中锰的浓度。

4 仪器

- 4.1 具盖广口聚乙烯塑料瓶: 100 mL。
- 4.2 尿比重计。
- 4.3 具塞比色管: 10 mL。
- 4.4 旋涡振荡器。
- 4.5 容量瓶: 10 mL、50 mL、100 mL。
- 4.6 刻度吸管: 1 mL、2 mL、10 mL。
- 4.7 原子吸收光谱仪: 具有石墨炉、塞曼或氘灯背景校正装置和锰空心阴极灯。

5 试剂

- 5.1 实验用水: 去离子水。
- 5.2 硝酸, $\rho_{20}=1.42\text{ g/mL}$, 优级纯。
- 5.3 硝酸溶液, 1% (V/V)。
- 5.4 标准溶液, 采用国家认可的锰单元素标准溶液。
- 5.5 质控样: 标准尿样、接触者混合尿或加标的正常人混合尿。

6 样品采集、运输和保存

- 6.1 环境条件：采尿场所应干净、整洁，无锰污染源。
- 6.2 样品采集：用具盖广口聚乙烯塑料瓶收集一次尿约 50 mL，混匀，尽快取出部分尿液测量比重后，按体积分数 1% 的比例加入硝酸。如尿比重 <1.010 或 >1.030 应重新采样。
- 6.3 样品运输：采集后的样品可在室温下运输。
- 6.4 样品保存：样品于 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱中可保存 14 d。

7 分析步骤

7.1 仪器操作条件

参照表1的仪器条件，将原子吸收光谱仪调节至最佳测定状态。

表 1 仪器操作参考条件

仪器条件		石墨炉条件			
		步骤	温度 $^{\circ}\text{C}$	升温坡度 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$	停留时间 S
波长	279.5 nm	干燥	50~110	20	10
狭缝	0.2 nm		110~130	5	15
灯电流	9.6 mA	灰化	1000	150	20
进样量	10 μL	原子化	1800	0	3 (停气)
载气	氩气 0.2 L/min	清洗	2500	0	4
石墨管	热解涂层	—	—	—	—
背景校正	塞曼或氘灯	—	—	—	—

7.2 样品处理

采集的尿样放置至室温后，充分混匀，取 2.0 mL 于具塞比色管中，加入 8.0 mL 硝酸溶液，混合均匀后可直接测定。取硝酸溶液作为试剂空白。

7.3 尿锰标准系列配制与测定

7.3.1 将锰单元素标准溶液用硝酸溶液逐级稀释成 20 $\mu\text{g}/\text{L}$ 标准应用液。取 7 只 10 mL 容量瓶，编号为 1~7 号，分别取上述锰标准应用液 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL、6.0 mL，用硝酸溶液定容至刻度，配制成 0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、2 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、4 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、6 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、8 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、10 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、12 $\mu\text{g}/\text{L}$ 锰标准系列。

7.3.2 参照仪器操作参考条件，将原子吸收光谱仪调整到最佳测定状态，测定各标准系列，第 2~7 号的吸光度值减去第 1 号的吸光度值后，以吸光度值对锰浓度 ($\mu\text{g}/\text{L}$) 绘制标准曲线或计算回归方程。

7.4 样品测定

用测定标准系列的操作条件测定样品和试剂空白，将样品管吸光度值和试剂空白的吸光度值相减，再由标准曲线或回归方程计算锰的浓度 ($\mu\text{g}/\text{L}$)。

8 计算

按式 (1) 计算尿中锰浓度。

$$X = C \times F \times \frac{1.020 - 1.000}{G - 1.000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——尿中锰的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

C ——由标准曲线得出的稀释尿样中锰的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

F ——稀释倍数;

G ——尿样实测比重。

9 说明

9.1 本法的检出限为 $1.5 \mu\text{g/L}$, 定量下限为 $5.0 \mu\text{g/L}$ (按取 2.0 mL 尿样、5 倍稀释计), 测定范围为 $5.0 \mu\text{g/L} \sim 60 \mu\text{g/L}$ (按尿液计)。相对标准偏差范围为 $\text{RSD}=1.1\% \sim 7.0\%$ (尿锰浓度 $13.3 \mu\text{g/L} \sim 51.5 \mu\text{g/L}$, $n=6$); 尿样加标回收率范围为 $84.1\% \sim 105.8\%$ (加标浓度为 $10 \mu\text{g/L} \sim 40 \mu\text{g/L}$)。

9.2 关于仪器条件: 由于不同厂家, 不同型号的仪器, 其仪器条件不尽相同, 因此各实验室应自行优化仪器条件, 7.1 所列仪器条件仅供参考。

9.3 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。采用带塞曼或氙灯扣背景的背景校正器的原子吸收光谱仪。在测定过程中, 石墨炉升温程序的选择很重要, 要防止样品的飞溅。每只石墨管的电阻值不同, 石墨管使用后有一定记忆效应, 每次测定样品时需重新制作标准曲线。

9.4 本法的进样量应根据仪器具体情况确定, 一般选择 $10 \mu\text{L} \sim 20 \mu\text{L}$ 。

9.5 进行多种元素对本测定方法的干扰试验, 当尿锰浓度为 $24.5 \mu\text{g/L} \sim 30.4 \mu\text{g/L}$ 时, $2000 \mu\text{g/L}$ 的 Pb^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Cd^{2+} 、 As^{3+} 、 Hg^{2+} 、 Se^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Cr^{6+} 、 Na^+ 、 F^- 、 K^+ 、 Ca^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Cl^- , 对测定均不产生干扰。

9.6 质控样使用标准尿样时, 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。

9.7 具盖广口聚乙烯塑料瓶、容量瓶、具塞比色管等均需要经 1: 1 的硝酸溶液浸泡过夜, 依次用水、去离子水清洗。

9.8 实验室用品均应采用加入 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。

9.9 检测过程的质量控制应按照 GBZ/T 295 的要求进行。