

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 333—2024

代替 WS/T 46—1996

尿中铍测定标准

电感耦合等离子体质谱法

Determination standard of beryllium in urine—
Inductively coupled plasma mass spectrometry method

2024-05-09 发布

2024-11-01 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布

前 言

本标准为您推荐性标准。

本标准代替WS/T 46—1996《尿中铍的石墨炉原子吸收光谱测定方法》，与WS/T 46—1996相比，除结构调整和编辑性改动外，主要修改如下：

- 删除了尿中铍的石墨炉原子吸收光谱测定方法（见1996年版）；
- 增加了尿中铍测定方法 电感耦合等离子体质谱法。

本标准由国家卫生健康标准委员会职业健康标准专业委员会负责技术审查和技术咨询，由中国疾病预防控制中心负责协调性和格式审查，由国家卫生健康委职业健康司负责业务管理、法规司负责统筹管理。

本标准起草单位：国家卫生健康委职业安全卫生研究中心、重庆市职业病防治院、北京市化工职业病防治院（北京市职业病防治研究院）、中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所。

本标准主要起草人：丁春光、彭方达、冯洁、张华伟、许商成、杜航、潘兴富、刘晓东、潘亚娟、宋爽。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

- 1996年首次发布为WS/T 46—1996；
- 本次为第一次修订。

尿中铍测定标准 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了测定尿中铍的电感耦合等离子体质谱法。

本标准适用于职业接触铍及其化合物人员尿中铍浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本标准必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本标准；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GBZ/T 210.5 职业卫生标准制定指南 第5部分：生物材料中化学物质测定方法

GBZ/T 224 职业卫生名词术语

GBZ/T 295 职业人群生物监测方法 总则

WS/T 97 尿中肌酐分光光度测定方法

WS/T 98 尿中肌酐的反相高效液相色谱测定方法

3 术语和定义

GBZ/T 224及GBZ/T 295界定的术语和定义适用于本标准。

4 原理

尿样用体积分数为1%的硝酸溶液直接稀释，经进样系统雾化，以氩气为载气带入高频等离子体炬焰中被充分电离，产生的离子进入质量分离器分离，以铍离子的质荷比进行定性，以钪为内标进行校正，采用内标标准曲线法定量。

5 仪器

5.1 涡旋混合器。

5.2 具盖聚乙烯塑料瓶：50 mL。

5.3 容量瓶：10 mL。

5.4 电感耦合等离子体质谱仪。

仪器操作参考条件：

a) 射频功率：1600 W；

b) 冷却气流量：18 L/min；

c) 载气流量：1.02 L/min；

d) 辅助气流量：1.2 L/min；

e) 蠕动泵转速：20 r/min；

f) 测定模式：标准模式；

g) 内标元素：钪元素；

h) 测定质量数：铍（9），钷（45）。

6 试剂

- 6.1 去离子水：电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 。
- 6.2 硝酸(HNO_3)： $\rho_{20}=1.42 \text{ g/mL}$ ，高纯。
- 6.3 硝酸溶液：采用去离子水将硝酸稀释成浓度为体积分数为1%的硝酸溶液。
- 6.4 内标标准溶液：临用前用硝酸溶液将钷单元素标准溶液稀释成浓度为 $10.0 \text{ }\mu\text{g/L}$ 的内标标准溶液。
- 6.5 标准贮备溶液：铍单元素标准溶液， $1000 \text{ }\mu\text{g/L}$ 。
- 6.6 标准应用溶液：临用前用硝酸溶液配制成铍元素浓度为 $10.0 \text{ }\mu\text{g/L}$ 的溶液。
- 6.7 调谐液：与仪器型号匹配的调谐溶液。

7 样品的采集、运输和保存

- 7.1 按照 GBZ/T 295 的要求进行尿样采集和运输。
- 7.2 样品采集：用聚乙烯塑料瓶收集尿样，体积应大于 50 mL ；采集后的尿样应尽快测定尿比重；确定尿样有效后，冷链运输，于 -20°C 冰箱条件下可稳定保存 14 d ；或加入1%体积的硝酸进行防腐处理后，在 4°C 下进行运输， 4°C 条件下可稳定保存 14 d 。
- 7.3 样品空白：在样品采集过程中，同时制备3份样品空白。随机抽取3份尿样采集容器，模拟采集去离子水加入聚乙烯塑料瓶中，为样品空白，与样品同时运输和储存。

8 分析步骤

8.1 标准系列溶液的配制与测定

取6支 10 mL 容量瓶，用硝酸溶液逐级稀释铍标准应用溶液配制成浓度为 $0.0 \text{ }\mu\text{g/L}\sim 5.0 \text{ }\mu\text{g/L}$ 的标准系列溶液。参照仪器操作参考条件，由低到高浓度顺序测定标准系列溶液，以铍元素与钷元素信号比值相对应的铍标准溶液浓度计算线性回归方程。

8.2 样品处理与测定

将尿样放至室温，涡旋混匀，准确量取 1.0 mL 至 10.0 mL 容量瓶中，用硝酸溶液定容至刻度，充分混匀，待测。样品空白处理方法同样品，混匀，待测。用测定标准系列溶液的操作条件测定样品及样品空白溶液，由线性回归方程得出铍元素的浓度（ $\mu\text{g/L}$ ）。若样品中铍元素浓度超过测定范围，用硝酸溶液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

8.3 质量控制

8.4 按照操作流程打开仪器，仪器正常开启后稳定 $10 \text{ min}\sim 30 \text{ min}$ ，用调谐液进行校正，调谐仪器灵敏度等参数满足检测要求。检测过程质量控制应按照 GBZ/T 295 的要求进行，样品空白和试剂空白测定结果应小于方法检出限。

9 计算

9.1 按式（1）计算尿样中铍元素的浓度：

$$\rho = \rho_0 \times f \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ ——尿样中铍元素的浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

ρ_0 ——由内标标准曲线得到的铍元素浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

f ——样品的稀释系数。

9.2 按生物接触限值的要求，对检测结果进行比重或肌酐校正。尿比重按照 GBZ/T 295 中方法测定；尿肌酐按照 WS/T 97 或 WS/T 98 方法测定。

10 说明

10.1 本标准按照 GBZ/T 210.5 的方法和要求进行研制。

10.2 本标准的检出限为 $0.02 \mu\text{g/L}$ ，定量下限为 $0.06 \mu\text{g/L}$ ；测定范围为 $0.06 \mu\text{g/L} \sim 50.0 \mu\text{g/L}$ 。相对标准偏差为 $0.54\% \sim 5.35\%$ ；加标回收率范围为 $83.3\% \sim 95.0\%$ （尿样加标浓度范围为 $1.0 \mu\text{g/L} \sim 10.0 \mu\text{g/L}$ ）。

10.3 在实际工作中，如检测对象职业接触铉元素，则应更换内标，可选择尿样中未检出且与铍元素质量数相近的其他元素作为内标。

10.4 尿样中 $500.0 \mu\text{g/L}$ 及以下的铝、砷、硼、钡、铋、钙、镉、钴、铬、铜、铁、钾、锂、镁、锰、钠、镍、磷、铅、硒、锶、钒、锌等元素不干扰测定。
