

T/GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 726—2024

职业健康监测 尿液中 22 种元素的测定 电感耦合等离子体质谱法

Occupational health monitoring—Determination of 22 elements in
urine—Inductively coupled plasma mass spectrometry

2024 - 05 - 31 发布

2024 - 06 - 06 实施

广西标准化协会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由广西壮族自治区职业病防治研究院提出并宣贯。

本文件由广西标准化协会归口。

本文件起草单位：广西壮族自治区职业病防治研究院、广西医科大学、广西壮族自治区分析测试研究中心、广电计量检测（南宁）有限公司、南宁市疾病预防控制中心。

本文件主要起草人：李燕、宁攀良、覃利梅、韦燕燕、肖艳、李锦杰、区仕燕、龙智翔、李硕、何宗剑、肖梅、卿郅聪、朱定姬、周武旺。

职业健康监测 尿液中 22 种元素的测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本文件描述了尿液中22种元素的电感耦合等离子体质谱测定方法。

本文件适用于职业接触人群尿液中元素铍 (Be)、钒 (V)、铬 (Cr)、锰 (Mn)、铁 (Fe)、钙 (Ca)、镁 (Mg)、钡 (Ba)、钴 (Co)、镉 (Cd)、铜 (Cu)、锌 (Zn)、砷 (As)、硒 (Se)、钛 (Ti)、锶 (Sr)、镍 (Ni)、钼 (Mo)、锡 (Sn)、锑 (Sb)、铊 (Tl)、铅 (Pb) 的测定, 其他人群可参照执行。

本文件各元素的检出限、定量下限、定量浓度、测定范围按附录A。

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文件必不可少的条款。其中, 注日期的引用文件, 仅该日期对应的版本适用于本文件; 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。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 39486 化学试剂 电感耦合等离子体质谱分析方法通则

GBZ/T 295 职业人群生物监测方法 总则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

尿液样品用硝酸溶液稀释, 在选定的最佳操作条件下, 以钪、钇、镱为内标元素, 用电感耦合等离子体质谱仪, 采用碰撞模式测定铍、钒、铬、锰、铁、钙、镁、钡、钴、镉、铜、锌、砷、硒、钛、锶、镍、钼、锡、锑、铊和铅元素的含量。

5 试剂与材料

除非另有说明, 本方法所用试剂均为优级纯, 水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 硝酸 ($\rho_{20}=1.42 \text{ g/mL}$)。

5.2 硝酸溶液 (1+99): 取 1 mL 硝酸 (5.1) 置于 100 mL 容量瓶 (5.12) 中, 用水稀释至刻度。

5.3 质谱调谐液: 宜选用锂、铈、铟、铀、铍、铁、镁、铅为质谱调谐液, 混合溶液锂、铈、铟、铀、铍、铁、镁、铅的质量浓度为 $1 \mu\text{g/L}$ (或根据不同厂家的仪器采用适宜的调谐液及浓度)。

5.4 各种元素标准储备溶液 (1000mg/L 或 100mg/L): 铍、钒、铬、锰、钙、镁、铁、钡、钴、镉、铜、锌、砷、硒、钛、锶、镍、钼、锡、锑、铊、铅, 采用具备标准物质证书的单元素或多元素标准储备液。

5.5 内标标准储备溶液 (10mg/L): 钪、钇、镱, 采用具备标准物质证书的单元素或多元素标准储备液。

5.6 混合标准使用溶液: 准确吸取适量的混合标准储备溶液或各种元素标准储备溶液 (5.4), 用硝酸溶液 (1+99) 逐级稀释配制成下列质量浓度的混合标准使用溶液: 铍、钒、铬、锰、钴、镍、镉、锡、铊、铜、钡、锑 ($\rho=100.0 \mu\text{g/L}$); 砷、钼、钛、铁、硒、锶、铅、锌 ($\rho=1.0 \text{ mg/L}$); 钙、镁 ($\rho=50.0 \text{ mg/L}$)。

5.7 混合内标使用溶液：准确吸取适量的钪、钷、镧内标标准储备溶液（5.5），用硝酸溶液（1+99）逐级稀释配制成 10.0 $\mu\text{g/L}$ 的混合内标使用溶液。

注：根据不同厂家仪器的需要适当调整内标溶液浓度。

5.8 氩气，纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5.9 氮气，纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5.10 聚乙烯塑料管：15 mL。

5.11 聚乙烯塑料瓶：50 mL。

5.12 容量瓶：100 mL。

6 仪器和设备

电感耦合等离子体质谱仪，配碰撞/反应池。

7 试样预处理

依据GBZ/T 295进行样品的采集：收集不少于50 mL中段尿液，置于聚乙烯塑料瓶（5.11）中，在尿液中按100+1的比例加入硝酸（5.1），严密封口。样品保存温度 $4\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，保存时间不超14 d。

8 分析步骤

8.1 试样溶液的制备

将尿液样品放至室温，摇匀，准确吸取0.50 mL尿液样品至聚乙烯塑料管（5.10）中，加入9.50 mL硝酸溶液（1+99）定容至10 mL，混匀，得样品溶液。准确吸取0.50 mL纯水至聚乙烯塑料管（5.10）中，加入9.50 mL硝酸溶液（1+99），混匀，得空白溶液。

8.2 标准系列的制备

吸取混合标准使用溶液（5.6），用硝酸溶液（1+99）配制铍、钒、铬、锰、钴、镍、镉、锡、铊、铜质量浓度为0 $\mu\text{g/L}$ 、0.20 $\mu\text{g/L}$ 、0.40 $\mu\text{g/L}$ 、0.80 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、4.0 $\mu\text{g/L}$ ；钡、铈质量浓度为0 $\mu\text{g/L}$ 、0.20 $\mu\text{g/L}$ 、0.80 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、4.0 $\mu\text{g/L}$ 、8.0 $\mu\text{g/L}$ ；砷、钼质量浓度为0 $\mu\text{g/L}$ 、0.20 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、4.0 $\mu\text{g/L}$ 、8.0 $\mu\text{g/L}$ 、16.0 $\mu\text{g/L}$ ；钛、铁、硒、铅、锶质量浓度为0 $\mu\text{g/L}$ 、0.40 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、4.0 $\mu\text{g/L}$ 、8.0 $\mu\text{g/L}$ 、16.0 $\mu\text{g/L}$ 、32.0 $\mu\text{g/L}$ ；锌质量浓度为0 $\mu\text{g/L}$ 、0.80 $\mu\text{g/L}$ 、4.0 $\mu\text{g/L}$ 、8.0 $\mu\text{g/L}$ 、16.0 $\mu\text{g/L}$ 、32.0 $\mu\text{g/L}$ 、100.0 $\mu\text{g/L}$ ；钙、镁质量浓度为0 mg/L、0.50 mg/L、1.5 mg/L、2.5 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L的标准系列溶液（根据不同的样品测量需要可适当调整校准曲线的浓度范围）。

8.3 电感耦合等离子体质谱仪参考条件

电感耦合等离子体质谱仪推荐参数参照附录B中表B.1进行优化。镧、钪、钷作为内标元素在线引入，各元素推荐测定同位素的质量数和各元素选择内标见附录B中表B.2。

8.4 测定

启动电感耦合等离子体质谱仪（6），使用质谱调谐液（5.3）调整仪器各项参数，使灵敏度、氧化物干扰、双电荷干扰、分辨率等各项指数达到测定要求后，参照8.3编辑测定方法，在线引入混合内标使用溶液（5.7），观测内标灵敏度，分别测定标准系列溶液（8.2）、试样溶液（8.1）中各元素的计数值。

8.5 校准曲线的绘制

以标准溶液系列中待测元素的质量浓度值为横坐标，标准溶液系列测定计数值为纵坐标，绘制校准曲线。从校准曲线上查得样品溶液相应的各元素的质量浓度值。

9 试验数据处理

结果按式(1)计算尿液中待测元素的质量浓度:

$$\rho = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_1}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ ——尿液中待测元素的质量浓度,单位为微克每升或毫克每升($\mu\text{g/L}$ 或 mg/L);
- ρ_1 ——由校准曲线上查得待测元素的质量浓度,单位为微克每升或毫克每升($\mu\text{g/L}$ 或 mg/L);
- ρ_0 ——空白样品中待测元素的质量浓度,单位为微克每升或毫克每升($\mu\text{g/L}$ 或 mg/L);
- V_1 ——制备后试样的体积,单位为毫升(mL);
- V ——所取尿液样品的体积,单位为毫升(mL)。

10 精密度和准确度

3个实验室分别测定含22种元素的3个浓度水平的尿液样品6次,22种元素的相对标准偏差均小于10%。在低本底尿液样品中加入3个浓度的标准溶液,各元素加标回收率为80%~120%。

11 质量保证和控制

检测过程的质量控制按照GB/T 39486的要求进行。



附 录 A
(资料性)
方法性能指标

方法性能指标见表A.1。

表A.1 方法性能指标

元素	检出限 (μg/L)	定量下限 (μg/L)	定量浓度 (μg/L)	测定范围 (μg/L)
Be	0.051	0.169	1.02	0.0~80.0
Ca	0.013 mg/L	0.043 mg/L	0.26 mg/L	0.0~200.0 mg/L
Mg	0.011 mg/L	0.037 mg/L	0.22 mg/L	0.0~200.0 mg/L
Ti	0.107	0.356	2.14	0.0~640.0
V	0.021	0.071	0.42	0.0~80.0
Cr	0.023	0.076	0.46	0.0~80.0
Mn	0.022	0.073	0.44	0.0~80.0
Fe	0.078	0.257	1.56	0.0~640.0
Co	0.084	0.280	1.68	0.0~80.0
Ni	0.031	0.105	0.62	0.0~80.0
Cu	0.026	0.087	0.52	0.0~80.0
Zn	0.354	1.180	7.08	0.0~2 000.0
As	0.049	0.163	0.98	0.0~320.0
Se	0.266	0.887	5.32	0.0~640.0
Sr	0.025	0.083	0.5	0.0~640.0
Mo	0.068	0.226	1.36	0.0~320.0
Cd	0.017	0.056	0.34	0.0~80.0
Sn	0.072	0.239	1.44	0.0~80.0
Sb	0.014	0.047	0.28	0.0~160.0
Ba	0.013	0.013	0.26	0.0~160.0
Tl	0.022	0.023	0.44	0.0~80.0
Pb	0.019	0.020	0.38	0.0~640.0

附录 B
(资料性)

电感耦合等离子体质谱仪工作条件参数推荐表

电感耦合等离子体质谱仪推荐参数见表B.1。各元素推荐测定同位素的质量数和各元素选择内标见表B.2。

表B.1 电感耦合等离子体质谱仪推荐参数

工作参数	设定值
测定模式	碰撞模式
射频功率	1 350 W
氦气流量	4 mL/min
辅助气流量	1.2 L/min
雾化气流量	1.0 L/min
等离子体气流量	15 L/min
蠕动泵转速	35 r/min
四级杆偏置电压	-10 V
轴向场电压	500 V

表B.2 各元素推荐测定同位素的质量数和各元素选择内标

元素	质量数	内标选择
Be	9	⁴⁵ Sc
Ca	44	⁴⁵ Sc
Mg	25	⁴⁵ Sc
Ti	47	⁴⁵ Sc
V	51	⁴⁵ Sc
Cr	52	⁴⁵ Sc
Mn	55	⁴⁵ Sc
Fe	57	⁴⁵ Sc
Co	59	⁴⁵ Sc
Ni	60	⁴⁵ Sc
Cu	65	⁴⁵ Sc
Zn	66	⁸⁹ Y
As	75	⁸⁹ Y
Se	82	⁸⁹ Y
Sr	88	⁸⁹ Y
Mo	98	⁸⁹ Y
Cd	111	⁸⁹ Y
Sn	118	⁸⁹ Y
Sb	121	⁸⁹ Y
Ba	137	⁸⁹ Y
Tl	205	¹⁷⁵ Lu
Pb	208	¹⁷⁵ Lu

中华人民共和国团体标准
职业健康监测 尿液中22种元素的测定
电感耦合等离子体质谱法
T/GXAS 726—2024
广西标准化协会统一印制
版权专有 侵权必究