

## 中华人民共和国卫生行业标准

# 研制生物样品监测检验方法指南

WS/T 68—1996

Biological materials—Methods of monitoring  
—Guide of development

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了研究建立生物材料中有毒物质或其代谢物测定方法的内容、要求和程序。

本标准适用于职业接触者的尿样和血样的分析方法。

本标准不适用于其他生物材料的分析方法。

### 2 技术路线的选择

2.1 了解毒物的毒性和代谢的知识,决定选择何种样品、何种监测指标其测定结果对评价毒物的接触程度是有意义的,在何时采样最具代表性。

2.2 了解毒物的理化性质,生产或使用的工艺过程,现场空气中与毒物共存的干扰物质,了解样品的基体本身及可能对分析物产生干扰的物质。

2.3 了解本监测指标的生物接触限值和本底值,以决定所研制的方法的灵敏度要求。被测物在非接触者也含有此成分时,要求所建立的方法能够测出本底值的含量。非接触者不含此成分时,要求能测出0.2倍生物接触限值。

2.4 对国内外发表的文献及标准方法进行调研,写出文献综述并提出评论性意见。在此基础上选定技术路线并论证其理由。技术路线的选定要考虑到仪器性能及试剂品种的可能性。

### 3 取样、保存和运输的原则

3.1 取样容器和取样工具的材质要求不干扰测定。

3.2 取样操作要防止污染。

3.3 取样时间:可参考国外标准方法和生物接触限值的规定或可靠的研究报告。职业接触者一般不采24 h尿(住院病人除外)。

3.4 取样体积:尿样不少于50 mL;静脉血不少于5 mL;末梢血根据需要。

3.5 保存时间:要求实验期限为2周,明确指出能保存3天、1周、2周。

3.6 样品运输过程保证分析物稳定(防止降解、变质),冷藏保存并尽快送达实验室。

3.7 防腐剂或抗凝剂要求不干扰后来的分析。

### 4 样品预处理的原则

4.1 尿样的浓度按比重进行校正。尿样的标准比重为1.020,比重小于1.010或大于1.030的尿样弃去不用。

4.2 样品分取前必须彻底振摇混合。冷藏保存的样品在分取前应在50~60℃温水中浸泡片刻,以促进沉渣的溶解。

4.3 生物样品在消化、提取等过程中,由于分析物的挥发、分解、两相分配等造成的损失应极小;分析全

## WS/T 68—1996

过程的回收率应不小于 75%。如果小于 75%，应改进预处理条件，以提高回收率。

## 5 制定分析方法的程序

5.1 测定条件的选择：方法选定后，首先从灵敏度及选择性两个方面优选分析条件，确定线性范围。光度法及气相色谱电子捕获检测器法要求给出线性范围的上限。

5.2 标准曲线：在规定的样品体积内，浓度为 0.2~2 倍的生物接触限值范围内做标准曲线。光度法做 5 个点，色谱法及原子吸收法做 3 个点（或按仪器要求）。按回归方程做标准线。

### 5.3 检测限

5.3.1 一般以空白值的 3 倍标准差计算（光度法、原子吸收光谱法等）。色谱法以 3 倍噪声水平计算。

5.3.2 检测限应小于 0.2 倍生物接触限值。

5.3.3 要求同时按下列两种方式表示：

5.3.3.1 以分析溶液中的分析物浓度（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）或以分析物的绝对量（ $\mu\text{g}$  或  $\text{ng}$ ）表示。

5.3.3.2 用尿样中或血样中的浓度（ $\text{mg}/\text{L}$  或  $\mu\text{g}/\text{L}$ ）表示，同时注明取样体积。

### 5.4 精密度

5.4.1 按标准曲线范围取高、中、低 3 种浓度，每种浓度分析 2~3 个样品，求平均值，连续重复 6 次。

5.4.2 各点的变异系数应小于 10%。

5.5 准确度：可采用以下 3 种方法之一来测定。

5.5.1 同时用本方法与另一个不同原理的已经验证过的方法测定高、中、低 3 种浓度各 6 个样品，各自求均值，其相对误差应小于 10%。

5.5.2 分析已知含量的高水平及低水平标准物质各一组，其均值应在给定值的不确定度范围之内；或均值与给定值相差  $<10\%$ 。

5.5.3 用接触者生物样品加标回收率来表示，做高、中、低 3 种浓度。现场样品浓度与加标的水平要接近，两者之和要在测定范围内。判断标准为回收率大于 75%。均值大于 105% 时，说明存在系统误差，要找出原因并加以解决。

5.6 干扰实验：对可能存在于环境中的或机体内的干扰物，在 2~3 倍生物接触限值的浓度下进行实验，并说明其影响程度，影响程度大者要改进方法。

5.7 生物样品的稳定性：同时取几个接触者的尿样或血样，制备一个新鲜的合并样品，分成 4 组，每组 6 个，于第一天、第三天、一周、两周各分析一组。各组均值与第一天分析的均值比较，相对偏差在 10% 以内认为可保存。实验浓度取中等浓度。保存温度分 4 个档次：室温，普通冰箱（4℃），冰盒（-8℃），低温冰箱（-20℃ 以下）。

## 6 验证实验

6.1 研制的方法要经另一单位的实验室验证。负责单位提出实验步骤及实验数据，验证单位向负责单位提出报告。验证内容：标准曲线线性范围、精密度、准确度、样品保存时间四项。

6.2 引进国外标准方法或权威部门的推荐方法，引进单位本身即为验证单位，可不另行组织验证。但操作步骤有改动时，仍按研制对待。

## 7 现场应用

研制的方法应在毒物的生产或使用现场，不同接触程度的工作岗位取样测定，以观察方法的实用性（检出率及测定结果与环境污染的符合性），同时应取非接触者的样品进行对照，最好做数十例。

**附加说明：**

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责起草。

本标准主要起草人钱引林、李金泰、艾家豪、王敢峰、梁禄。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。

