WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 96—1996

尿中三氯乙酸
顶空气相色谱测定方法

Urine—Determination of trichloroacetic acid
—Headspace gas chromatographic method

1997-01-11发布　　1997-09-01实施

中华人民共和国卫生部　发布

前　　言

本标准适用于检测职业接触人群尿中三氯乙酸的浓度。本标准是参考了国外的检验方法，结合我国情况经过实验室研究和现场验证后提出的。本标准与分光光度法的测定资格等效。

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准起草单位：北京医科大学公共卫生学院。

本标准主要起草人：吕姝清、周玲、倪波。

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。

中华人民共和国卫生行业标准

尿中三氯乙酸 顶空气相色谱测定方法

WS/T 96—1996

Urine—Determination of trichloroacetic acid
—Headspace gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了顶空气相色谱法测定尿中三氯乙酸浓度的方法。

本标准适用于接触三氯乙烯的工人尿中三氯乙酸浓度的测定。

2 原理

三氯乙酸加热脱羧生成三氯甲烷，在密闭的顶空瓶内，在一定温度下，三氯甲烷分子在气液两相之间的分配达到动态平衡，此时三氯甲烷在气相中的浓度和在液相中的浓度成正比，也即和液相中三氯乙酸的浓度成正比。气相中的三氯甲烷经聚乙二醇 6 000 柱分离，氢焰离子化检测器检测，保留时间定性，以正丁醇作内标物，峰高比(或峰面积比)定量。

3 仪器

3.1 聚乙烯塑料瓶，100 mL。

3.2 恒温水浴箱，35～100℃，控温精度±1℃。

3.3 顶空瓶，25 mL 玻璃瓶，带配套硅橡胶帽。

3.4 微量注射器，5 μL。

3.5 注射器，1 mL。

3.6 气相色谱仪，氢焰离子化检测器。

4 试剂

4.1 正丁醇。

4.2 三氯甲烷。

4.3 聚乙二醇 6000，色谱固定液。

4.4 6201 红色担体，40～60 目。

4.5 三氯乙酸标准溶液：称量 2 g 三氯乙酸，溶于 100 mL 蒸馏水中，配制成约 20 mg/mL 贮备液，以氢氧化钠标准溶液标定，得到准确浓度后放于 4℃冰箱内保存；临用前配制成 100 μg/mL 的标准溶液。

5 采样

用聚乙烯塑料瓶收集接触者班后尿样，尿样不少于 50 mL。混匀后，尽快测量尿比重，迅速送至实验室。放入 4℃冰箱中保存，10 天之内分析测定。

中华人民共和国卫生部1997-01-11批准 1997-09-01实施

6 分析步骤

6.1 仪器操作条件：

色谱柱：柱长 2 m，内径 4 mm，不锈钢柱；

柱填料：聚乙二醇 6000：6201 担体＝10：100；

柱温：120℃；

检测器温度：150℃；

载气：氮气，流量：40 mL/min。

6.2 标准曲线绘制：取 7 支顶空玻璃瓶，按表 1 配制标准管。

表 1 三氯乙酸标准管配制

管　号	0	1	2	3	4	5	6
标准溶液，mL	0	0.10	0.20	0.40	1.00	2.00	4.00
蒸馏水，mL	5.00	4.90	4.80	4.60	4.00	3.00	1.00
三氯乙酸的浓度，μg/mL	0.0	2.0	4.0	8.0	20.0	40.0	80.0

于上述标准管中，用微量注射器各加入 2 μL 的正丁醇，立即用硅橡胶帽封紧瓶口，混匀后，移入 90℃恒温水浴上恒温 90 min，然后把小瓶转移到 45℃恒温水浴上，平衡 20 min。将仪器按测定条件调节到最佳状态，用 1 mL 加热的注射器从瓶塞处抽取瓶内上部空气各 1 mL，注入色谱柱。以三氯甲烷与正丁醇的峰高比（或峰面积比）减去 0 号管即空白管的峰高比（或峰面积比）为纵坐标，三氯乙酸的浓度（μg/mL）为横坐标，绘制标准曲线。

6.3 测定

将样品从冰箱中取出，使恢复到室温，充分混合，取 5 mL 进行测定，并取 5 mL 蒸馏水做为试剂空白，其余步骤同标准曲线绘制。在标准曲线测定的同样条件下，测定样品和试剂空白的三氯甲烷与正丁醇的峰高比；以测得的样品的峰高比减去试剂空白的峰高比后，由标准曲线查得三氯乙酸的浓度（μg/mL）。

7 计算

7.1 按式(1)计算尿样换算成标准比重(1.020)下的浓度校正系数。

$$k = \frac{1.020 - 1.000}{d - 1.000} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：k——浓度校正系数；

d——尿样实测比重。

7.2 按式(2)计算尿中三氯乙酸的浓度。

$$C = c \cdot k \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：C——尿中三氯乙酸的浓度，mg/L；

c——由标准曲线上查得的三氯乙酸的浓度，μg/mL；

k——浓度校正系数。

8 说明

8.1 本法的最低检出浓度为 0.2 mg/L（取尿样 5 mL）；线性范围 0～80 mL/L；相对标准偏差 RSD＝4.7%～9.6%；加标回收率为 78.0%～105%。

8.2 三氯乙酸热脱羧的温度需 90℃，90 min；若温度降至 80℃，则需要 120 min，分析时间加长。

8.3 热脱羧生成的三氯甲烷易挥发，顶空瓶的气密性要良好，以防止挥发损失。

8.4 顶空瓶在取样之后，其中的气液平衡被破坏。因此，顶空分析一般取样一次，若有必要取第二次样，也要待新的平衡建立之后再取样。

www.17jzw.co
www.17bzw.c
www.17jzw.ne
标准资料收藏家www.17bzw.cn易启标准网免费提供十万标准书籍资料下载
会打字、5分钟快速自助建网站www.17jzw.com易启建站网免费提供建站平台，商业网站1年