

中华人民共和国卫生行业标准

尿中三氯乙酸的分光光度测定方法

WS/T 64—1996

Urine—Determination of trichloroacetic
acid—Spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了尿中三氯乙酸的分光光度测定方法。本法最低检测浓度为 3 mg/L。
本标准适用于接触三氯乙烯工人尿中三氯乙酸浓度的测定。

2 原理

三氯乙酸在碱性溶液中于 65℃ 与吡啶反应,形成红色物质,在波长 530 nm 下比色定量。

3 仪器

- 3.1 分光光度计,10 mm 比色杯。
- 3.2 比色管,10 mL。
- 3.3 容量瓶,100 mL。
- 3.4 恒温水浴。
- 3.5 玻璃瓶或聚乙烯塑料瓶,100 mL。
- 3.6 尿比重计。

4 试剂

本标准所用试剂除另有说明者外,均为分析纯试剂。

- 4.1 实验用水:蒸馏水或同等纯度的去离子水。
- 4.2 吡啶。
- 4.3 甲苯。
- 4.4 氢氧化钾溶液(7.8 mol/L):称取 43.77 g 氢氧化钾,用少量水溶解后,稀释至 100 mL。
- 4.5 三氯乙酸标准溶液:尽快称取 0.050 0 g 三氯乙酸(经干燥器中干燥并称至恒重),用少量水溶解后,于容量瓶中用水稀释至 100 mL。此溶液 1 mL 相当于 500 μ g 三氯乙酸。临用前将此溶液稀释成 1 mL 相当于 100 μ g 三氯乙酸的标准应用液。
- 4.6 质控样:用接触者混合尿或加标的正常人混合尿、加标的模拟尿作质控样。

5 采样、运输和保存

用玻璃瓶或聚乙烯瓶收集工作周末上班后 5~7 h 一次尿样,体积不少于 50 mL,测量比重。常温下运输,于 4℃ 冰箱中可保存两周。分析前将尿样彻底摇匀。

6 分析步骤

6.1 样品处理

样品不需处理,直接按 6.3 条进行测定。

6.2 标准曲线的绘制

6.2.1 取 7 支比色管,按下表配制标准管。

三氯乙酸标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5	6
氢氧化钾溶液, mL	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
正常人混合尿, mL	0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
标准应用液, mL	0	0	0.05	0.10	0.30	0.60	0.90
三氯乙酸含量, μg	0	0	5	10	30	60	90

6.2.2 各管分别加入 5 mL 吡啶, 0.5 mL 甲苯, 加水至 10 mL, 摇匀。于 65℃ 水浴中反应 50 min, 冷却至室温后, 取出 3 mL 有机层放入另一支比色管中, 再加入 0.6 mL 水, 混匀。20 min 后用 10 mm 比色杯, 以试剂空白(0 号管)为参比, 于波长 530 nm 处测量吸光度。

6.2.3 将 2~6 号各管的吸光度减去 1 号管的吸光度, 以三氯乙酸含量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制标准曲线。

6.3 样品测定

6.3.1 吸取 2.5 mL 氢氧化钾溶液、1.0 mL 尿样于比色管中, 混匀。然后按 6.2.2 条操作, 测量吸光度。从样品管吸光度值减去 6.2.1 条的 1 号管的吸光度值, 由标准曲线上查得三氯乙酸的含量。

6.3.2 在测定前后以及每测定 10 个样品后, 测定一次质控样。

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)。

$$k = \frac{1.020 - 1.000}{\text{实测比重} - 1.000} \quad \dots\dots\dots (1)$$

7.2 按式(2)计算尿中三氯乙酸的浓度。

$$X = \frac{m}{V} \cdot k \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: X ——尿中三氯乙酸浓度, mg/L;

m ——由标准曲线查得的三氯乙酸含量, μg ;

V ——分析时所取尿样的体积, mL。

8 说明

8.1 本法最低检测浓度为 3 mg/L; 线性范围为 0~90 μg ; 精密度: $CV=3.3\%\sim8.4\%$ (三氯乙酸含量 5, 30, 90 μg , $n=6$); 准确度: 接触者尿样加标回收率为 90%~106% (尿样浓度 3.0~40.6 mg/L, $n=6$)。

8.2 吡啶要求使用新出厂的产品, 贮存太久颜色变成淡黄色, 则空白值偏高, 需重蒸馏后使用。

8.3 显色后应在 1 h 内比色。

8.4 质控样如使用加标的模拟尿时可考察准确度和精密度。如使用接触者尿和加标的正常尿时可考察精密度。但人尿不易久存。模拟尿只含人尿中的大量成分。

附加说明：

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由广东省职业病防治院负责起草。

本标准主要起草人黄淑莲。

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。