

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZT 313.1—2018

尿中三甲基氯化锡的测定 第 1 部分：气相色谱法

Determination of trimethyltin chloride (TMT) in urine—
Part 1: Gas chromatographic method

2018 - 08 - 16 发布

2019 - 01 - 01 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布

前 言

根据《中华人民共和国职业病防治法》制定本标准。

GBZ/T 313《尿中三甲基氯化锡的测定》分为两个部分：

——第1部分：气相色谱法；

——第2部分：气相色谱-质谱法。

本部分为GBZ/T 313的第1部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分起草单位：广东省职业病防治院、深圳市职业病防治院、深圳市罗湖区疾病预防控制中心、深圳市龙岗区疾病预防控制中心。

本部分主要起草人：吴邦华、戎伟丰、易娟、赖少阳、刘丽、何嘉恒、吴川、蔡金敏、谢玉璇、刘奋、何俊涛、赖璟琦、张英、蔡志斌、刘渠、张文、林怡然、负建培、张英。

尿中三甲基氯化锡的测定 第1部分：气相色谱法

1 范围

GBZ/T 313的本部分规定了测定尿中三甲基氯化锡的气相色谱法。
本部分适用于职业接触人员尿中三甲基氯化锡的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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。

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 原理

尿中三甲基氯化锡用四乙基硼酸钠衍生成为三甲基乙基锡，经正己烷萃取，气相色谱火焰光度检测器（硫滤光片）检测，以保留时间定性，峰面积定量。

4 仪器

- 4.1 具塞聚乙烯塑料瓶，50mL。
- 4.2 离心机，0r/min ~3000r/min。
- 4.3 微量注射器，1 μ L、10 μ L、50 μ L、100 μ L。
- 4.4 具塞玻璃管：15mL，配有聚四氟乙烯密封盖。
- 4.5 旋涡振荡器。
- 4.6 气相色谱仪，火焰光度检测器（硫滤光片）。

仪器操作参考条件：

——色谱柱：30 m \times 0.32 mm \times 0.25 μ m 二苯基-95%二甲基硅氧烷共聚物（HP-5）；

——柱温：初温 50 $^{\circ}$ C，保持 7.0min，以 20 $^{\circ}$ C/min 升至 200 $^{\circ}$ C；

——进样口温度：250 $^{\circ}$ C；

——检测器温度：200 $^{\circ}$ C；

——氢气流量：50mL/min；

——空气流量：60mL/min；

——载气（氮气）流量：1.0mL/min；

——分流比：5:1。

5 试剂

- 5.1 实验用水为去离子水。
- 5.2 三甲基氯化锡，优级纯 (>99.8%)。
- 5.3 四乙基硼酸钠，优级纯。
- 5.4 四氢呋喃，分析纯。
- 5.5 乙酸钠，分析纯。
- 5.6 冰醋酸，分析纯。
- 5.7 正己烷，色谱纯。
- 5.8 衍生剂：称取 0.1 g 四乙基硼酸钠，加入 10mL 四氢呋喃溶解，配成 1% 四乙基硼酸钠-四氢呋喃溶液，该溶液置于 4℃ 冰箱中避光保存，可稳定 1 个月。
- 5.9 缓冲液 (pH 4.0±0.2)：在 120mL 水中加入 0.6g 乙酸钠，再加 1.4 mL 的冰醋酸。
- 5.10 标准溶液：于 10mL 容量瓶中，加入少量水，准确称量后，加入一定量的三甲基氯化锡，再准确称量，加水至刻度；由 2 次称量之差计算此溶液的浓度，为标准贮备液 (浓度约为 5mg/mL)，此液在 4℃ 冰箱内可储存 6 个月。临用前，用水稀释成 50.0μg/mL 三甲基氯化锡标准溶液。或购买经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液物质。

6 样品采集、运输和保存

用具塞聚乙烯塑料瓶收集接触三甲基氯化锡工人的随机尿样 50mL，于室温或冷藏运输，尽快置 4℃ 冰箱中存放，样品可保存 15d。

7 分析步骤

- 7.1 按 WS/T 97 或 WS/T 98 测定尿中肌酐浓度。
- 7.2 样品处理：将尿样摇匀，吸取 5.0mL 尿样到 15mL 具塞玻璃管中，分别加入 5.0mL 缓冲液、0.2mL 衍生剂和 1.0 mL 正己烷，于旋涡振荡器中振荡 5min，静置或离心分层后取上层有机相 1.0μL 分析。若样品中三甲基氯化锡浓度超过测定范围，可用正己烷稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。
- 7.3 试剂空白处理：用 5.0mL 水代替尿样，按样品同样处理，做试剂空白。
- 7.4 标准系列溶液的配制与测定：在 15mL 具塞玻璃管中加入 5.0mL 水，再加入标准溶液，配制成含量为 0.0μg~2.5μg 的三甲基氯化锡标准系列溶液，每个标准系列溶液中再加入 5.0mL 缓冲液、0.2mL 衍生剂和 1.0mL 正己烷，于旋涡振荡器中振荡 5min，静置或离心分层后取上层有机相 1.0μL 分析。参照仪器操作条件，将气相色谱仪调节至最佳测定状态，分别进样 1.0μL 的正己烷萃取液，测定各标准系列溶液。以测得的峰面积值对相应的三甲基氯化锡含量 (μg) 绘制标准曲线或计算回归方程。
- 7.5 样品测定：用测定标准系列溶液的操作条件测定样品和试剂空白的峰面积，由标准曲线或回归方程得三甲基氯化锡的含量 (μg)。

8 计算

按式(1)计算尿中三甲基氯化锡的浓度。

$$C = \frac{m \times 1000}{V \times D \times k} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C ——尿中三甲基氯化锡的浓度,单位为微克每克肌酐($\mu\text{g/g}$ 肌酐);

m ——尿中三甲基氯化锡的含量(减去试剂空白),单位为微克(μg);

V ——取尿样的体积,单位为毫升(mL);

D ——尿中三甲基氯化锡的回收率, %;

K ——尿肌酐浓度,单位为克每升(g/L)。

9 说明

9.1 本法的检出限为 $0.007\mu\text{g}$, 定量下限为 $0.035\mu\text{g}$, 最低检出浓度为 $1.4\mu\text{g/L}$ (以取尿样 5.0mL 计), 最低定量浓度为 $7.0\mu\text{g/L}$ (以取尿样 5.0mL 计)。测定范围为 $0.007\mu\text{g} \sim 2.500\mu\text{g}$, 相对标准偏差为 $0.6\% \sim 4.0\%$ 。

9.2 本法平均回收率为 96.7% 。

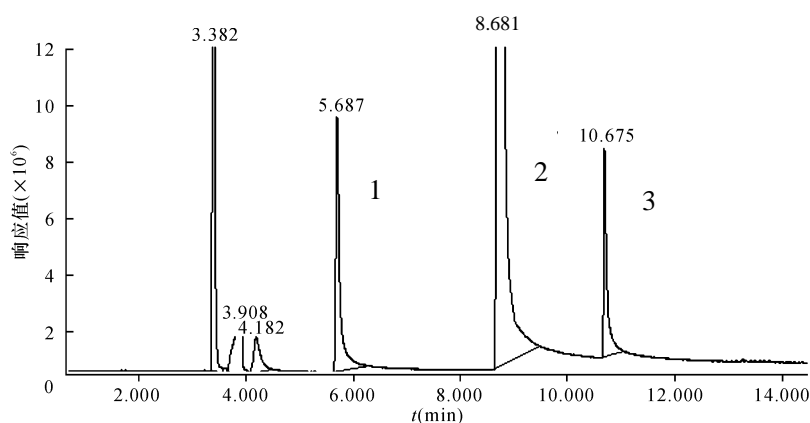
9.3 本法可采用性能类似的其他毛细管色谱柱。

9.4 尿中与三甲基氯化锡共存的二甲基二氯化锡、甲基三氯化锡对测定不干扰。

9.5 尿样采集没有时间限制, 三甲基氯化锡经尿液排泄较缓慢和恒定, 可以采集接触工人的随机尿进行检测。

9.6 检测的质量保证遵守 GBZ/T 295。

9.7 色谱图见图 1。



注:

1——三甲基乙基锡 (5.687 min);

2——二甲基二乙基锡 (8.681 min);

3——三乙基甲基锡 (10.675 min)。

图 1 三甲基氯化锡衍生物、二甲基二氯化锡衍生物和甲基三氯化锡衍生物的分离图