

## 中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 311—2018

---

### 尿中甲苯二胺的测定 气相色谱法

Determination of tolylenediamine in urine—

Gas chromatography 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。

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准起草单位：天津市疾病预防控制中心、江苏省无锡市职业病防治医院、深圳市职业病防治院、河南省职业病防治研究院、新乡市职业病防治研究所。

本标准主要起草人：杨德一、缪荣明、赵淑岚、张万超、刘保峰、张明、李添娣、何俊涛、赵欣、肖庆峰、刘凌、刘静。

# 尿中甲苯二胺的测定 气相色谱法

## 1 范围

本标准规定了测定尿中甲苯二胺的气相色谱法。  
本标准适用于职业接触人员尿中甲苯二胺的测定。

## 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。

- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- 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

尿液样品（以下称尿样）中甲苯二胺(Toluenediamine, TDA)的螯合物加硫酸加热水解成TDA，在碱性条件下用甲苯萃取，用七氟丁酸酐衍生化后，经极性毛细管色谱柱分离，电子捕获检测器（ECD）检测，以保留时间定性，峰面积定量。

## 4 仪器

- 4.1 漩涡混匀器。
- 4.2 离心机。
- 4.3 恒温水浴锅。
- 4.4 气相色谱仪，电子捕获检测器。

仪器操作参考条件：

- a) 色谱柱：Rtx-50，30 m×0.25 mm×0.25 μm；
- b) 柱温：160 ℃；
- c) 汽化室温度：290 ℃；
- d) 检测器温度：320 ℃；
- e) 载气流量：1.00 mL/min；
- f) 分流比：20 : 1。

## 5 试剂

- 5.1 实验用水：按照 GB/T 6682 执行。
- 5.2 2,4-TDA，色谱纯。
- 5.3 甲苯，色谱纯。
- 5.4 七氟丁酸酐，98 %。
- 5.5 氢氧化钠溶液，450 g/L。
- 5.6 盐酸溶液，1.0 mol/L。
- 5.7 硫酸溶液，3.0 mol/L。
- 5.8 缓冲溶液：称取 27.2 g 磷酸二氢钾，用 200 mL 水溶解，用氢氧化钠溶液调节 pH 至 7.0。
- 5.9 2,4-TDA 标准贮备液：准确称取 0.0500 g 2,4-TDA 置于 50 mL 容量瓶中，用盐酸溶液溶解并定容至刻度，配制成浓度为 1.0 mg/mL 的标准贮备液。
- 5.10 2,4-TDA 标准溶液：用盐酸溶液稀释 2,4-TDA 标准贮备液，配制成浓度为 0.040 μg/mL 的标准溶液。

## 6 样品的采集、运输和保存

- 6.1 环境条件：采尿场所应干净、整洁，无甲苯二异氰酸酯（TDI）污染源。
- 6.2 样品采集：用清洁的聚乙烯塑料瓶采集班末尿样，尿样的采集应大于 50 mL。必要时采集双份样品，一份作为备份样品。
- 6.3 样品空白：随机抽取与样品采集同批号的采尿瓶 2 份，作为样品空白。
- 6.4 样品运输：将采集后的样品和样品空白置于清洁容器中 4 °C 冷藏运输。
- 6.5 样品保存：样品在 -20 °C 下可保存 7 d。

## 7 分析步骤

- 7.1 按照肌酐测定法（见 WS/T 97 或 WS/T 98），尽快测定尿中肌酐浓度。
- 7.2 样品处理：吸取 2.0 mL 尿样于 10 mL 离心管中，加 1.5 mL 硫酸溶液，摇匀，盖好，放置于沸水浴加热 8h，取出冷却至室温，加 5mL 氢氧化钠溶液混匀，加 2.0 mL 甲苯，振摇 2 min，于 1500 r/min 离心 10 min。取出约 1.5 mL 甲苯层，放入另一离心管中，加 20.0 μL 七氟丁酸酐，振摇 2 min，放置 5min，加 1.0 mL 缓冲液，振摇 2 min，以除去过剩的七氟丁酸酐，放置 2 min，取甲苯层进样测定。
- 7.3 标准曲线绘制：取 5 支具塞比色管，分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL 标准溶液，各加盐酸溶液至 2.00 mL，配成 0.000 μg/mL、0.010 μg/mL、0.020 μg/mL、0.030 μg/mL、0.040 μg/mL 标准系列。除加热外，标准系列处理过程同样品。参照仪器操作条件，将气相色谱仪调节至最佳测定状态，取 1.0 μL 甲苯层进样，测定标准系列，每个浓度重复测定 3 次，以峰面积均值对 TDA 浓度 (μg/mL) 绘制标准曲线。

7.4 样品测定：取处理过的样品的甲苯层 1.0  $\mu\text{L}$  进样，根据测得的峰面积由标准曲线计算出 TDA 的浓度。

## 8 计算

按式（1）计算尿中甲苯二胺的浓度：

$$C = \frac{c_1}{c_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$C$  —尿中 TDA 的浓度，单位为微克每毫克肌酐（ $\mu\text{g}/\text{mg}$  肌酐）；

$c_1$  —从标准曲线上查得的尿样品溶液中 TDA 的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

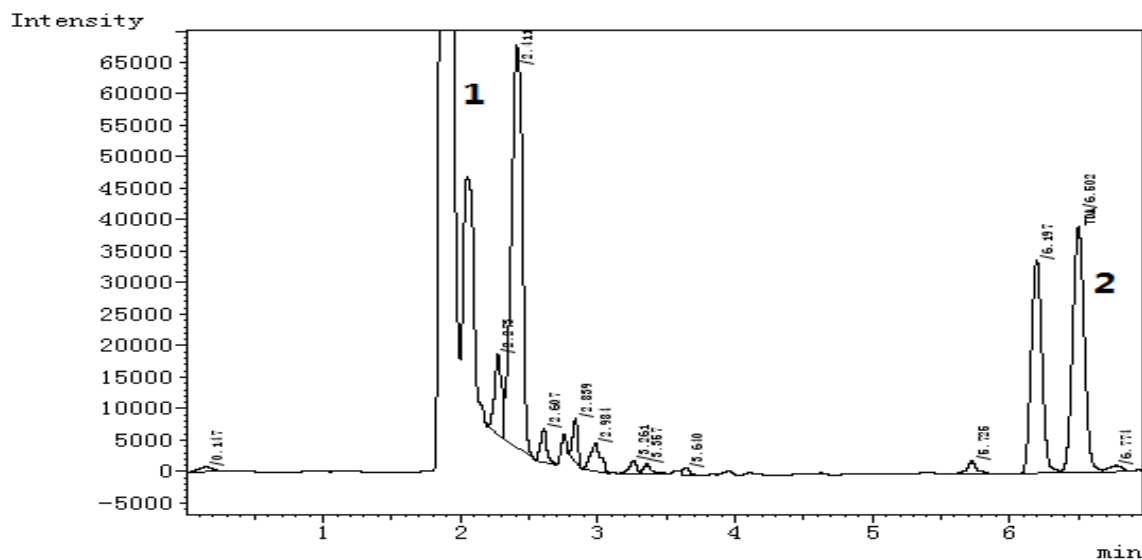
$c_2$  —尿肌酐浓度，单位为克每升（ $\text{g}/\text{L}$ ）。

## 9 说明

9.1 本法的检出限为 0.0006  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；线性范围为 0.002  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~0.040  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

9.2 采样后，应尽快测定尿肌酐浓度。

9.3 色谱标准图见图 1。



注：

1 —甲苯；

2 —2, 4-TDA。

图1 色谱标准图