

呼出气中二硫化碳的气相色谱法

WS / T 41-1996

1 原理 终末呼出气用玻璃采气管采集,直接取样,进行气相色谱法测定。当呼出气中二硫化碳浓度低于仪器检出限时,用高分子多孔微球富集,热解吸后,进行气相色谱法测定。以保留时间定性,峰高或峰面积定量。

2 仪器

2.1 玻璃采气管,容积30ml,内径15mm,两端带活塞。

2.2 热解吸浓缩进样装置,附Tenax GC管(长92mm,内径3mm,内填Tenax GC约100mg)。

2.3 玻璃瓶,具翻口胶塞,100ml。

2.4 注射器,2ml、5ml、10ml及100ml。

2.5 微量注射器,10 μ l。

2.6 齿科针头,5号。

2.7 气相色谱仪,火焰光度检测器。仪器操作条件:

色谱柱:1m \times 3mm; Chromosorb W-AW-DMCS; OV-17=100:5(丙酮为溶剂);
柱温:70 $^{\circ}$ C;载气(氮气)流速:36ml/min;热解吸温度:140 $^{\circ}$ C;热解吸时间:
3min。

3 试剂

3.1 Chromosorb W-AW-DMCS,80~100目,色谱柱担体。

3.2 OV-17,色谱固定相。

3.3 二硫化碳标准气:准确吸取5.0 μ l二硫化碳液体,迅速注入已测过体积的1L玻璃瓶中,室温放置并振摇,作为标准储备气。30min后使用。

4 样品的采集、运输和保存 受试者正常呼吸1min后,将采气管两端活塞打开,采样管一端含入口中,向管内深吐气,吐气毕关上两端活塞;室温运输和保存,24h内分析完毕。

5 分析步骤

5.1 样品处理:当呼出气中二硫化碳浓度可以直接测定时,只需将采气管放在实验室内,供测定。当呼出气中二硫化碳浓度低,不能直接测定时,需将样品富集。其方法是,将采气管一端连接Tenax GC管进气端,另一端接100ml注射器,用6倍于采气管体积的空气或氮气,以200ml/min左右流速冲洗,将管内样品富集在Tenax GC管中,供测定。同时用一个空白采气管,同样操作,作为空白对照。

5.2 标准曲线的绘制:吸取1.0、3.0、6.0ml标准储备气,分别注入a、b、c 3个已测过体积的玻璃瓶内,配成3个一定浓度的二硫化碳标准气。浓度计算:

$$C(\text{标准储备气浓度, } \mu\text{g/ml}) = \frac{5.0\mu\text{l} \times \text{CS}_2 \text{ 比重} \times 1000}{\text{玻璃瓶的体积 (ml)}}$$

$$C_a(\text{a瓶内浓度, ng/ml}) = \frac{C \times 1000}{a \text{ 瓶体积 (ml)}}$$

$$C_b(\text{b瓶内浓度, ng/ml}) = \frac{C \times 3 \times 1000}{\text{b瓶体积 (ml)}}$$

$$C_c(\text{c瓶内浓度, ng/ml}) = \frac{C \times 6 \times 1000}{\text{c瓶体积 (ml)}}$$

参照仪器操作条件,将气相色谱仪调节至直接测定状态。取以上标准气各1.0ml进样测定,每个浓度重复进样测定3次。以二硫化碳含量对相应峰高或峰面积的平方根均值绘制标准曲线。

5.3 样品测定:

5.3.1 直接进样测定:用注射器抽取1.0ml采气管中的呼出气进样测定,由标准曲线得二硫化碳含量。

5.3.2 浓缩进样测定:将Tenax GC管放入热解吸器中,热解吸3min后测定。由标准曲线得富集样的二硫化碳含量。

6 计算

6.1 直接进样测定:由标准曲线得的二硫化碳浓度即为呼出气中二硫化碳浓度。

6.2 浓缩进样测定:按下式计算呼出气中二硫化碳浓度:

$$C = \frac{c_1 - c_2}{V}$$

式中:C——呼出气中二硫化碳浓度,mg/m³;c₁,c₂——分别为由标准曲线得的富集样品和空白对照中二硫化碳的浓度;V——富集样品的体积,ml。

7 说明

7.1 本法的最低检测浓度为1.5mg/m³(按进样1.0ml呼出气计);测定范围为0~400mg/m³;相对标准偏差为3.2%~6.8%(二硫化碳浓度为4.8~28.7mg/m³,n=6);样品加标回收率为81.4%~90.8%(二硫化碳本底浓度为0~8.5mg/m³;加标浓度为8.7~17.4mg/m³,n=6)。Tenax GC管富集解吸效率为95.0%。103.9%(二硫化碳浓度为0.16~2.0mg/m³,富集体积30ml,n=6)。

7.2 采集终末呼出气或混合呼出气,其浓度是不同的。为保证分析的准确性,应采集肺泡气。

7.3 富集分析低浓度呼出气样品时,冲洗用气体的体积应不<容器体积的6倍;热解吸时间应不>3min。以保证样品的完全转移和完成样品的瞬间释放。

7.4 由于二硫化碳沸点低,挥发性大及在水中溶解度小等特性,所以湿度及储存温度的变化,对呼出气中二硫化碳的分析无明显影响。

7.5 样品用富集法测定时,必须减去空白对照用气体中所含二硫化碳的值。

7.6 本法由上海医科大学公共卫生学院王磊等同志研制。