

顶空 - 气相色谱法测定尿中 1- 溴丙烷含量

GC-262

摘要：本文参考国家职业卫生标准 GBZ/T 310-2018《尿中 1- 溴丙烷的测定 顶空—气相色谱法》，利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪结合 HS-10 顶空进样器，建立了尿液中 1- 溴丙烷含量的测定方法。在 5.0~1000 $\mu\text{g/L}$ 范围内建立标准曲线，1- 溴丙烷相关系数为 0.9998，线性关系良好。取浓度为 5.0 $\mu\text{g/L}$ 的标准溶液，连续 6 次进样，1- 溴丙烷峰面积 RSD 值为 2.43%，重复性良好。对尿液样品进行 10 $\mu\text{g/L}$ 的加标测试实验，平均回收率为 85.34%。该方法简单快捷，重复性好，能够有效、准确的分析尿中 1- 溴丙烷含量。

关键词：顶空 气相色谱法 尿液 1- 溴丙烷

技术特点：

- ❖ 顶空进样，尿液无需前处理，操作简单。
- ❖ 对方法进行优化，提高了检测灵敏度。

1- 溴丙烷是一种工业上广泛应用的有机溶剂，常温下为无色、易挥发、略带甜味的液体，主要用于生产喷雾粘合剂、精密仪器的清洗剂和脱脂剂，也用作制药产业、杀虫剂和季胺类化合物合成的中间体。1- 溴丙烷对中枢神经系统有抑制作用，人体接触 1- 溴丙烷主要通过呼吸道和皮肤吸收，职业接触 1- 溴丙烷主要是在 1- 溴丙烷的各个生产环节中，如反应釜、蒸馏、存储等。在我国《职业病分类和目录》中，溴丙

烷中毒已作为 18 种职业病之一被纳入了职业性化学中毒分类中，1- 溴丙烷职业接触的生物限值为班后尿中 20 $\mu\text{g/L}$ 。

本文参考国家职业卫生标准 GBZ/T 310-2018《尿中 1- 溴丙烷的测定 顶空—气相色谱法》，利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪结合 HS-10 顶空进样器，建立了尿液中 1- 溴丙烷含量的测定方法。方法重复性好，能有效的检测尿中 1- 溴丙烷含量。

实验部分

1.1 仪器

GC-2010 Pro 气相色谱仪
HS-10 顶空进样器

1.2 分析条件

1.2.1 HS-10 条件

恒温炉温度：	70°C	恒温时间：	20 min
样品流路温度：	90°C	加压压力：	90 kPa
传输线温度：	100°C	进样量：	1 mL

1.2.2 GC 条件

色谱柱：	SH-Stabilwax-DA, 30 m×0.25 mm×0.25 μm	检测器：	FID 检测器
柱温程序：	35°C (5 min)_25°C /min_200°C (1 min)	检测器温度：	250°C
进样口温度：	200°C	空气流量：	400 mL/min
载气：	氮气	氢气流量：	40 mL/min
载气控制模式：	恒线速度	尾吹气流量：	30 mL/min
线速度：	38.0 cm/sec		
进样方式：	分流进样		
分流比：	20:1		

■ 样品前处理

取待测尿液 4 mL 于 20 mL 顶空瓶，加入 2 g 无水硫酸钠，压盖，混匀。70°C 平衡 20 min，经气相色谱仪测定。

■ 结果与讨论

3.1 标准溶液色谱图

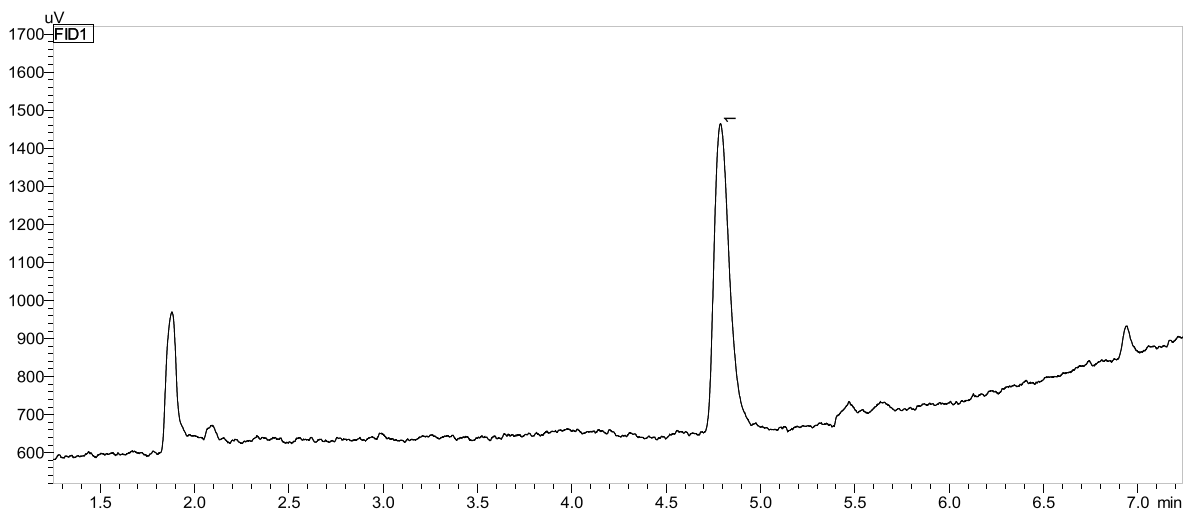


图 1 1- 溴丙烷标准溶液色谱图 (5.0 µg/L)

表 1 化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	1-溴丙烷	1-Bromopropane	106-94-5	4.781

3.2 标准曲线及检出限

按标准要求，利用对照尿液（不含有 1- 溴丙烷的尿液）配制 1- 溴丙烷标准系列溶液，浓度分别为 5.0、10、20、50、100、200、500、1000 µg/L。经测定，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标拟合标准曲线，曲线相关系数为 0.9998，标准曲线如下图所示。取浓度为 5.0 µg/L 的标准溶液，以 3 倍信噪比计算出 1- 溴丙烷的仪器检出限为 0.57 µg/L。

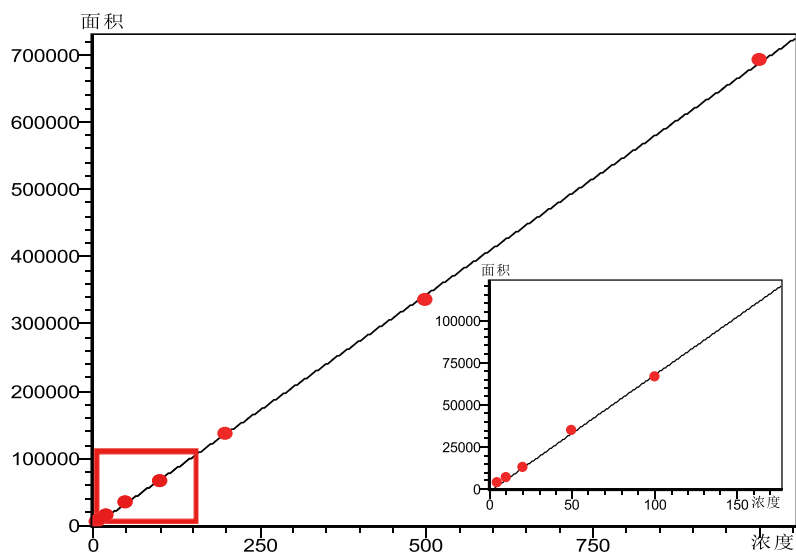


图 2 1- 溴丙烷标准曲线

3.3 重复性测试

取浓度为 5.0 $\mu\text{g/L}$ 的 1- 溴丙烷标准溶液，连续 6 次进样，考察重复性。结果见表 2。

表 2 重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积						RSD(%)
		1	2	3	4	5	6	
1	1-溴丙烷	4005	4130	4275	4202	4121	4171	2.43

3.4 加标回收率测试

平行取 3 份尿液样品，添加 1- 溴丙烷标准品，添加浓度为 10 $\mu\text{g/L}$ 。经测定，回收率结果见表 3。

表 3 回收率结果

No.	化合物名称	尿液含量 ($\mu\text{g/L}$)	测定值 ($\mu\text{g/L}$)			平均回收率 (%)
			1	2	3	
1	1-溴丙烷	N.D.	8.472	8.755	8.376	85.34

注：N.D. 表示未检出

3.5 样品测定

取实际尿液样品进行测定，样品色谱图如下所示。该尿液样品中未检测出 1- 溴丙烷。

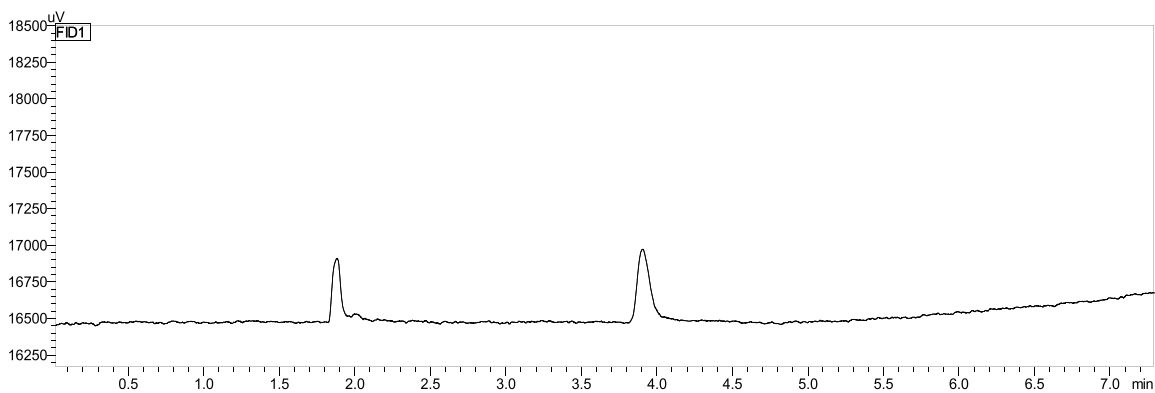


图 3 尿液样品色谱图

■ 结论

本文利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪结合 HS-10 顶空进样器，参考国家卫生标准，建立了尿液中 1- 溴丙烷含量的测定方法。在 5.0~1000 $\mu\text{g/L}$ 范围内建立标准曲线，1- 溴丙烷相关系数为 0.9998，线性关系良好。取浓度为 5.0 $\mu\text{g/L}$ 的标准溶液，连续 6 次进样，1- 溴丙烷峰面积 RSD 值为 2.43%，重复性良好。加标实验中 1- 溴丙烷平均回收率为 85.34%。该方法简单快捷，重复性好，能够准确、有效地分析尿液中 1- 溴丙烷的含量。

岛津应用云

