

顶空气相色谱法测定血液中酒精含量

GC-138

摘要：本文利用岛津 HS-10 结合 GC-2030 Nexis，建立了血液样品中酒精含量的测定方法。采用内标法，以叔丁醇作为内标化合物，在 5~200 mg/100 mL 浓度范围内建立标准曲线，线性关系良好，化合物相关系数 r 为 0.9998，检出限小于 1 mg/100 mL。用浓度为 5 mg/100 mL 的标准溶液验证重复性，重复进样 6 针，峰面积 RSD 为 0.57%。用 10 mg/100 mL 的标准添加血液样品测试回收率，平行 6 份，乙醇平均加标回收率为 101.8%，RSD 为 2.47%。该方法可用于血液样品中酒精快速定量测定。

关键词：气相色谱仪 顶空进样 血液 酒精

当酒精在人体血液内达到一定浓度时，人对外界的反应能力及控制能力就会下降，处理紧急情况的能力也随之下降。对于酒后驾车者而言，当驾驶者血液中酒精含量达 80 mg/100 mL 时，发生交通事故的几率是血液中不含酒精时的 2.5 倍；达到 100 mg/100 mL 时，发生交通事故的几率是血液中不含酒精时的 4.7 倍。即使在少量饮酒的状态下，交通事故的危险度也可达到未饮酒状态的 2 倍左右。对路面驾驶者的血液中酒精含量的监测能够有效减少酒后驾车引起的交通事故的发生。除了现场快检方法外，快速且能精准定量驾

驶者血液中酒精浓度的方法也至关重要。

顶空 - 气相色谱检测方法是检测血液中酒精浓度最常用的方法，被世界各国广泛采用。本文参考中华人民共和国公共安全行业标准，《GA/T 842-2019 血液酒精含量的检验方法》，利用岛津公司 Nexis GC-2030，对血液中乙醇含量进行了分析，此标准一共推荐了四款色谱柱，本文选用其推荐的 PLOT-Q 等效色谱柱进行实验，实现对血液中乙醇的定性和定量分析。本方法所测检出限低于 1 mg/100 mL，适用于道路交通执法活动中对人员血液中酒精的定性和定量分析。

实验部分

1.1 仪器

HS-10 顶空进样器

Nexis GC-2030 气相色谱仪

1.2 分析条件

气相条件：

色谱柱 :SH-Rt-Q-BOND (30 m × 0.53 mm × 20 μm)

柱温程序：130°C (2 min)_20°C /min_180°C (4.5min)

进样口温度：200°C

流速控制方式：恒流方式

流速：4 mL/min

进样方式：分流进样

分流比：10:1

检测器温度：250°C

尾吹气流量：24 mL/min

氢气流量：32 mL/min

空气流量：200 mL/min

HS-10 条件：

恒温炉温度：65°C

样品流路温度：105°C

传输线温度：110°C

样品瓶加压用气压：160 kPa

恒温时间：10 min

样品瓶加压时间：0.5 min

导入时间：0.5 min

进样时间：1 min

GC 循环时间：12 min

■ 样品前处理

配制系列浓度为 1, 5, 10, 20, 50, 80, 100, 200 mg/100 mL 的乙醇对照品标准溶液, 用水配制 4 mg/100 mL 的叔丁醇内标工作液。取以上乙醇标准溶液 100 μ L 及 500 μ L 叔丁醇工作液置于 20 mL 顶空小瓶内, 拧紧瓶盖, 摇匀, 待测。

取待测血液 100 μ L 及 500 μ L 叔丁醇内标工作液, 置于顶空小瓶内, 拧紧瓶盖, 摇匀, 待测。

■ 结果与讨论

3.1 乙醇和叔丁醇混合标准溶液色谱图

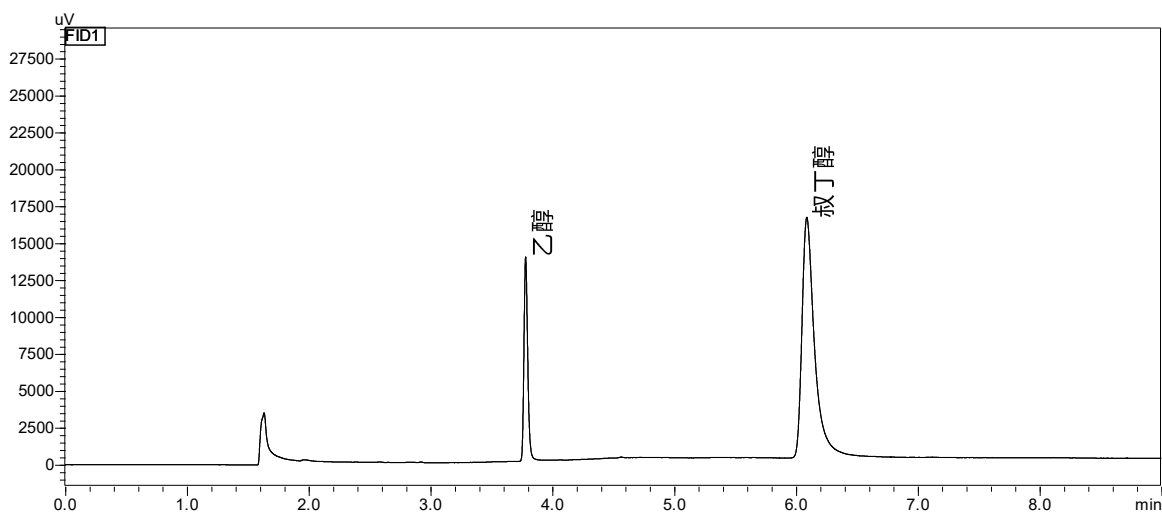


图 1. 100 μ L 乙醇 (20 mg/100 mL) 和 500 μ L 叔丁醇 (4 mg/100 mL) 混合标准溶液色谱图

表 1. 各组分信息

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	乙醇	Ethanol	64-17-5	3.781
2	叔丁醇	tert-Butanol	75-65-0	6.090

3.2 标准曲线和检出限

使用水配制混合标准系列, 浓度分别为 5, 10, 20, 50, 80, 100, 200 mg/100 mL。以浓度为横坐标, 峰面积比为纵坐标, 制作标准曲线。乙醇标准曲线如图 2 所示, 相关系数为 0.9996。以标准规定的方法检出限 1 mg/100 mL 浓度样品进样, 所得信噪比为 21.25, 按照 3 倍信噪比计算, 仪器检出限为 0.14 mg/100 mL。

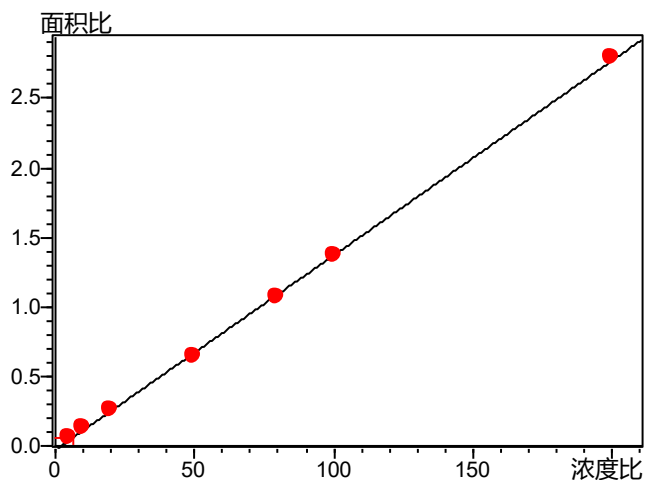


图 2 乙醇内标法标准曲线

3.3 重复性实验

取 5 mg/100 mL 乙醇标准品溶液，连续进样 6 次，考察仪器的重复性，测定结果见表 2。

表 2. 5 mg/100 mL 乙醇重复性结果

ID	组分名称	峰面积比						平均	RSD(%)
		1	2	3	4	5	6		
1	乙醇	0.0612	0.0609	0.0603	0.0614	0.0609	0.0608	0.0609	0.57

3.4 加标回收率

取 100 μ L 1000 mg/100 mL 乙醇溶液添加到 10 mL 空白血液样品中，制备成 10 mg/100 mL 乙醇血液样品。按照样品前处理方法制备样品，平行制样 6 次，回收率结果见表 3。按照相同样品前处理方法处理无添加血液样品，将其结果与标准添加样品结果对比，对比色谱图见图 3。

表 3. 硫酸烷基酯类化合物添加回收率结果

ID	组分名称	浓度 (mg/100 mL)						平均	平均加标回收率 (%)	RSD(%)
		1	2	3	4	5	6			
1	乙醇	9.81	10.06	10.37	10.34	10.47	10.06	10.18	101.8	2.47

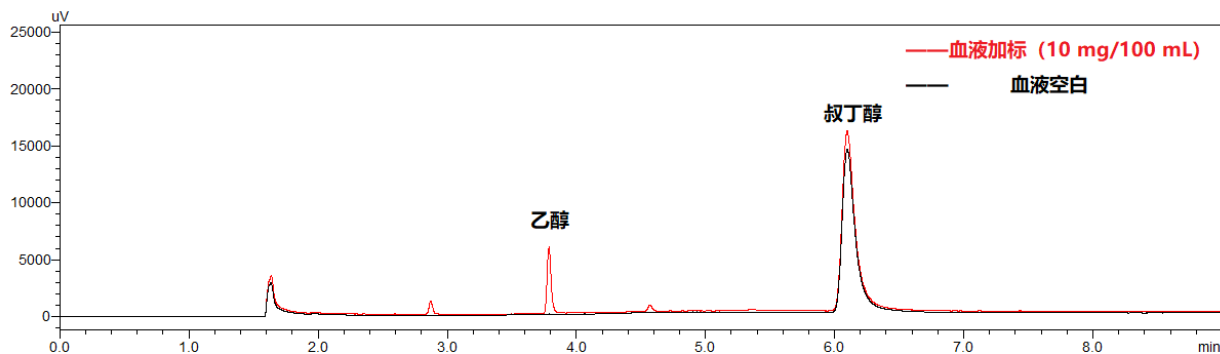


图 3 血液加标样品和血液空白样品对比色谱图

■ 结论

采用岛津公司 Nexis GC-2030 气相色谱仪结合 HS-10 顶空自动进样器分析血液样品中酒精含量，方法操作简单，在 5~200 mg/100 mL 浓度范围内线性良好，相关系数为 0.9998，检出限小于 1 mg/100 mL。用浓度为 5 mg/100 mL 的标准溶液验证重复性，峰面积比 RSD 为 0.57%。在 10 mg/100 mL 添加浓度下，乙醇加标回收率为 101.8%，六针 RSD 为 2.47%。该方法操作方便、重现性好、回收率高，适合血液中酒精含量的快速准确检测。