

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 286—2016

血中 1,2-二氯乙烷的气相色谱-质谱测定 方法

Method for determination of 1,2-dichloroethane in blood by gas
chromatography-mass spectrometry

2016-11-29 发布

2017-05-01 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会 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。

本标准主要起草单位：深圳市职业病防治院、广东省职业病防治院、深圳市罗湖区疾病预防控制中心、深圳市盐田区疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：谢玉璇、刘奋、负建培、李双凤、林怡然、吴邦华、阮小林、戎伟丰、黄韬、赖璟琦、赖少阳、曹小云、黎秀娟。

血中 1, 2-二氯乙烷的气相色谱-质谱测定方法

1 范围

本标准规定了血中 1,2-二氯乙烷的气相色谱-质谱测定方法。

本标准适用于 1,2-二氯乙烷职业接触中毒人员血中 1,2-二氯乙烷的测定。

2 血中 1, 2-二氯乙烷的气相色谱-质谱测定方法

2.1 原理

血样中的 1,2-二氯乙烷采用顶空法提取，气相色谱-质谱法选择离子扫描方式检测，保留时间及质谱的特征离子的相对丰度比定性，特征离子 m/z 62 为定量离子，标准工作曲线法定量。

2.2 仪器

2.2.1 抗凝采血管，肝素钠或 EDTA 抗凝剂，5 mL。

2.2.2 顶空瓶，带聚四氟乙烯硅橡胶垫及密封盖，10 mL。

2.2.3 微量注射器，0.5 μ L、10 μ L、25 μ L、50 μ L。

2.2.4 恒温加热器。

2.2.5 玻璃注射器，1.0 mL，使用前应检查气密性。

2.2.6 气相色谱-质谱联用仪。

仪器操作参考条件如下：

——色谱条件：

- a) 色谱柱：60m \times 0.25mm \times 0.25 μ m（5%-苯基）-甲基聚硅氧烷；
- b) 柱温：初温 40 $^{\circ}$ C，保持 1.0min，然后以 10 $^{\circ}$ C/min 升到 80 $^{\circ}$ C，保持 0.5 min；
- c) 汽化室温度：250 $^{\circ}$ C；
- d) 柱流量：1.5 mL/min；
- e) 进样量：1.0 mL
- f) 分流比：20:1；

——质谱条件：

- a) 离子源：EI 源；
- b) 离子化能量：70eV；
- c) 离子源温度：230 $^{\circ}$ C；
- d) 接口温度：280 $^{\circ}$ C；
- e) 扫描模式：选择离子扫描模式（SIM），选择监测离子（ m/z ）：49、62、98，定量离子 62，定性离子对的相对丰度与浓度相当标准工作溶液的相对丰度允许偏差不超过表 1 的规定。

表1 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的最大偏差/%	±20	±25	±30	±50

2.3 试剂

2.3.1 实验用水为二级水。

2.3.2 1,2-二氯乙烷：标准物质或色谱纯试剂（>99.5%）。

2.3.3 标准溶液：于 100 mL 容量瓶中，加约 50 mL 水，准确称量后，加入适量 1,2-二氯乙烷（约 50 mg），再准确称量。用水稀释至刻度，由两次称量之差计算溶液的浓度，此溶液密封后在 4℃ 冰箱内可储存 15d。临用前，用水稀释成一定浓度的标准应用液。或用经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。

2.4 样品的采集、运输和保存

采集静脉血于抗凝采血管中，至充满采血管约 5 mL，充分摇匀，避免凝固，冷藏运输，运输及储存条件 ≤ 4℃ 时，可稳定 3d，等于或低于 -8℃ 条件下，可稳定 7d。如不能立即测定则于血样采集后立即移取 2 mL 血样至顶空瓶中，密封存放于 -8℃ 冰箱中，样品可保存 7d。

2.5 分析步骤

2.5.1 样品处理：待测血样充分摇匀，准确移取 2.0 mL 血样置于 10 mL 顶空瓶中，立即盖紧瓶口，于 60℃ 恒温加热器中平衡 20 min，待测。

2.5.2 工作曲线的绘制：取 6 个 10 mL 顶空瓶，各加入 2.0 mL 未接触 1,2-二氯乙烷正常人混合血样，分别加入不同量的 1,2-二氯乙烷标准使用液，配制成浓度为 0.0 μg/L ~ 100.0 μg/L 的标准系列，立即盖紧瓶口，充分摇匀，于 60℃ 恒温加热器中平衡 20 min，用 1.0 mL 玻璃注射器抽取液面上部气体 1.0 mL 注入气相色谱-质谱分析。以色谱的保留时间和质谱的特征离子进行定性，以 m/z 62 的峰面积对 1,2-二氯乙烷的浓度（μg/L）绘制标准工作曲线或计算回归方程。

2.5.3 样品测定：用测定标准系列的操作条件测得样品的 m/z 62 的离子峰面积，由标准工作曲线或回归方程得 1,2-二氯乙烷的含量（μg/L）。

2.6 说明

2.6.1 本法的最低检出浓度为 1.3 μg/L，测定范围为 4.3 μg/L ~ 100.0 μg/L，在实际测定中，可以通过减少取样量以及提高标准曲线的浓度来拓宽线性范围，线性范围可延伸至 20 mg/L，批间精密密度为 6.2% ~ 8.0%，加标回收率为 83.2% ~ 104.0%。

2.6.2 在本方法条件下，可能同时接触的常用有机溶剂如甲醇、丙酮、正戊烷、1,1-二氯乙烯、二氯甲烷、正丙醇、1,2-二氯乙烯、1,1-二氯乙烷、正己烷、1,2-二氯乙烯、丙烯酸甲酯、三氯甲烷、1,1,1-三氯乙烷、苯、环己烷、四氯化碳、正庚烷、三氯乙烯、1,2-二氯丙烷、甲基丙烯酸甲酯、乙酸丙酯、甲基异丁基甲酮、甲苯、四氯乙烯、乙苯、二甲苯、环己酮、1,2,3-三氯丙烷等不干扰测定。

2.6.3 本法也可采用等效的其他质谱用毛细管色谱柱测定。

2.6.4 本法也可以采用自动顶空进样器，进样器参数设定依据所使用仪器的配置设定。

2.6.5 1,2-二氯乙烷标准质谱图、共存物分离及加标血样 SIM 离子流图分别见图 1 ~ 图 3。

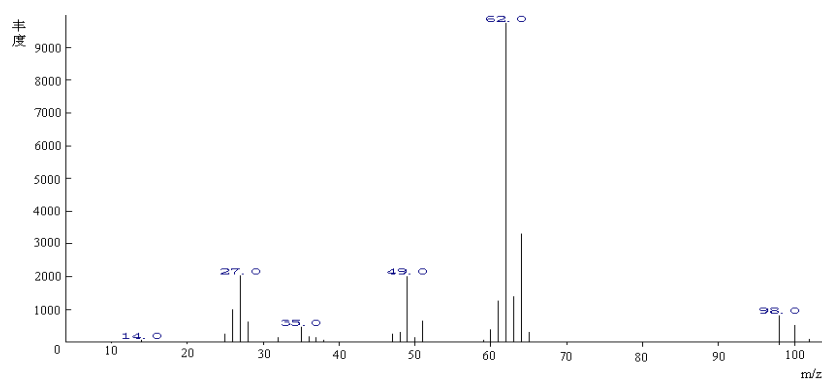


图1 1,2-二氯乙烷的标准质谱图

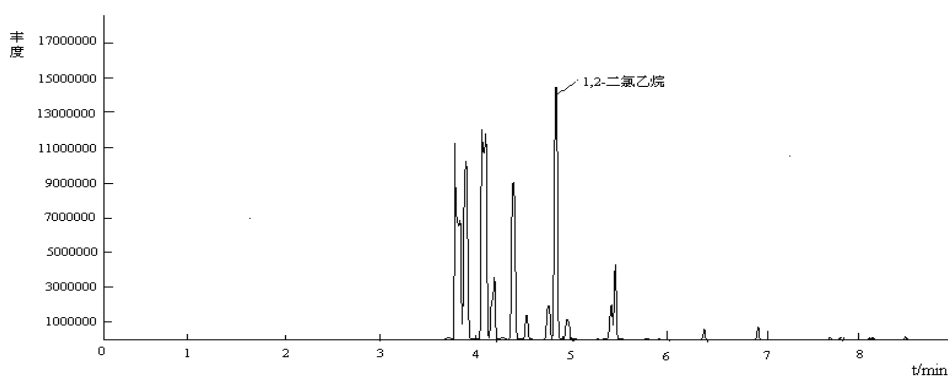


图2 1,2-二氯乙烷与共存物的 SIM 离子流图

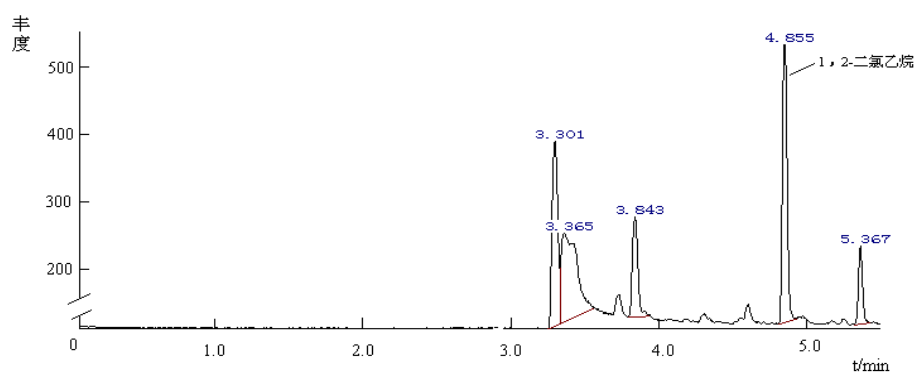


图3 1,2-二氯乙烷加标血样的 SIM 离子流图