

# 中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 310—2018

---

## 尿中 1-溴丙烷的测定 顶空-气相色谱法

Determination of 1-bromopropane in urine—

Headspace-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。

本标准主要起草单位：无锡市第八人民医院（无锡市职业病防治医院）、江苏省疾病预防控制中心、天津市疾病预防控制中心、复旦大学公共卫生学院、北京大学公共卫生学院。

本标准主要起草人：缪荣明、周长美、杨德一、朱宝立、周志俊、王生、张明、石亚娟、张颖轶、高峰、房中华、夏俊鹏、姬泽薇。

# 尿中 1-溴丙烷的测定 顶空-气相色谱法

## 1 范围

本标准规定了测定尿中1-溴丙烷的顶空-气相色谱法。  
本标准适用于职业接触人员尿中1-溴丙烷的测定。

## 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。

GBZ/T 295 职业人群生物监测方法 总则

## 3 原理

尿液样品(以下称尿样)中加入无水硫酸钠,经顶空处理后,经气相色谱柱分离,氢火焰离子化检测器检测,以保留时间定性,外标法定量。

## 4 仪器

- 4.1 电子分析天平(万分之一)。
- 4.2 容量瓶,10mL。
- 4.3 顶空瓶,10mL。
- 4.4 微量注射器,10 $\mu$ L。
- 4.5 自动顶空进样器。
- 4.6 气相色谱仪,氢火焰离子化检测器。

## 5 试剂

- 5.1 1-溴丙烷,色谱纯。
- 5.2 甲醇,色谱纯。
- 5.3 无水硫酸钠,分析纯。
- 5.4 1-溴丙烷标准贮备溶液:加约5 mL 甲醇于10 mL 容量瓶中,用微量注射器准确加入20.0  $\mu$ L 1-溴丙烷(色谱纯,20  $^{\circ}$ C时,1 $\mu$ L1-溴丙烷的质量为1.3537 mg),用甲醇稀释至刻度,此溶液为2.71 mg/mL 的1-溴丙烷标准贮备溶液。

5.5 1-溴丙烷标准应用溶液：用甲醇稀释 1-溴丙烷标准贮备液，配制成浓度为 10.0 μg/mL、100 μg/mL 的标准应用溶液。

## 6 样品的采集、运输和保存

6.1 依据 GBZ/T 295 进行尿样采集，用具塞玻璃瓶收集班后尿样 ≥50 mL。

6.2 样品运输：10mL 顶空瓶中加 2g 无水硫酸钠，从采集尿样中取 4 mL 尿液加入顶空瓶，压紧顶空瓶盖后冷藏运输。

6.3 样品保存：样品-20℃下保存期为 7d。

## 7 分析步骤

7.1 仪器操作参考条件：气相色谱仪：色谱柱为 FFAP 毛细管柱，30 m×0.32 mm×0.25 μm；柱温为初温 35℃，保持 3.5min，以 25℃/min 速率升温至 120℃，保持 1 min；汽化室温度为 200℃；氢火焰离子化检测器温度为 250℃；载气(氮气)流量为 1.00 mL/min；分流比为 1:8。自动顶空进样器：顶空瓶加热温度为 70℃；加热时间为 20min；振摇速率为 250 rpm；进样针温度为 80℃；进样体积为 0.5 mL(气体)。

7.2 工作曲线的配制和测定：于 10ml 顶空瓶中分别加入 4 mL 对照尿液（无 1-溴丙烷接触人群混合尿液），加 2g 无水硫酸钠，分别加入标准应用液使配制成浓度为 0μg/L~1000μg/L 的标准系列，压紧顶空瓶盖，放入自动顶空进样器，参照仪器操作条件，每个系列平行测定 3 次，计算各浓度 1-溴丙烷峰面积平均值。以浓度为横坐标，峰面积平均值为纵坐标绘制工作曲线。

7.3 样品处理和测定：将顶空瓶放入自动顶空进样器，后续操作同工作曲线绘制方法。样品空白、样品溶液均平行测定 3 次，以保留时间定性，计算峰面积平均值后由工作曲线得 1-溴丙烷浓度。若样品中待测物浓度超过测定范围，可用空白尿稀释处理后测定，计算时乘以稀释倍数。

## 8 计算

8.1 按式（1）计算尿中 1-溴丙烷的浓度：

$$C = C_0 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$C$ —尿中 1-溴丙烷浓度，单位为微克每升（μg/L）；

$C_0$ —由回归方程计算所得尿中 1-溴丙烷的浓度，单位为微克每升（μg/L）。

8.2 按照比重校正方法对样品结果进行校正。

## 9 说明

9.1 方法检出限为 5.0 μg/L，方法定量下限为 17.0 μg/L；方法测定范围为 17.0 μg/L~1000 μg/L，方法精密密度范围为 4.8%~6.6%(n=6)；方法加标回收率范围为 96.8%~104.8%(加标浓度为 100μg/L、200 μg/L、500μg/L)。

9.2 在样品采集和保存过程中应防止 1-溴丙烷损失，压紧顶空瓶盖后 4℃冷藏运输，尽快测定；不能立即测定需在-20℃下保存，保存期为 7d。冷冻尿样待恢复至室温后再进行测定。

---