

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 326—2022

尿中二氯甲烷测定标准 气相色谱法

Determination standard of dichloromethane in urine—
Gas chromatographic method

2022-03-16 发布

2022-09-01 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布

前 言

本标准由国家卫生健康标准委员会职业健康标准专业委员会负责技术审查和技术咨询，由中国疾病预防控制中心负责协调性和格式审查，由国家卫生健康委职业健康司负责业务管理、法规司负责统筹管理。

本标准起草单位：深圳市职业病防治院、天津市疾病预防控制中心、江苏省疾病预防控制中心、深圳市龙岗区疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：张明、李添娣、张万超、朱宝立、周伟、李小娟、于碧鲲、蔡志斌、唐慧晶、赵淑岚。

尿中二氯甲烷测定标准 气相色谱法

1 范围

本标准规定了测定尿中二氯甲烷的气相色谱法。
本标准适用于职业接触二氯甲烷人员尿中二氯甲烷浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本标准必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本标准；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GBZ/T 295 职业人群生物监测方法 总则

3 术语和定义

GBZ/T 295 界定的术语和定义适用于本标准。

4 原理

尿液样品采用顶空法进行处理，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，用外标工作曲线法进行定量。

5 仪器设备与材料

- 5.1 顶空瓶：20 mL。
- 5.2 聚乙烯塑料瓶：50 mL。
- 5.3 精密微量注射器：10 μ L、100 μ L。
- 5.4 容量瓶：10 mL、100 mL。
- 5.5 漩涡混匀器。
- 5.6 尿比重计。
- 5.7 气相色谱仪，配顶空进样器和氢火焰离子化检测器。

仪器操作参考条件：

a) 气相色谱条件：

- 1) 色谱柱：聚乙二醇（WAX），规格：30.0 m \times 0.32 mm \times 0.25 μ m；
- 2) 柱温：40 $^{\circ}$ C，保持 2 min；10 $^{\circ}$ C/min 升至 60 $^{\circ}$ C；再以 20 $^{\circ}$ C/min 升至 140 $^{\circ}$ C；
- 3) 进样口温度：250 $^{\circ}$ C；
- 4) 检测器温度：300 $^{\circ}$ C；
- 5) 载气（N₂）流量：2.0 mL/min；
- 6) 分流比：5：1。

b) 顶空进样器条件：

- 1) 炉温：60 $^{\circ}$ C；

- 2) 加热时间: 30 min;
- 3) 定量环体积: 1 mL;
- 4) 定量环温度: 70 ℃;
- 5) 传送线温度: 80 ℃;
- 6) 加压时间: 0.2 min;
- 7) 环填充时间: 0.2 min;
- 8) 定量环平衡时间: 0.1 min;
- 9) 进样时间: 1.0 min。

6 试剂

- 6.1 实验用水: 去离子水。
- 6.2 二氯甲烷 (CH₂Cl₂): 色谱纯。
- 6.3 无水硫酸钠 (Na₂SO₄): 分析纯。
- 6.4 标准贮备液: 于 100 mL 容量瓶中加入约 90 mL 去离子水, 用精密微量注射器准确加入 10.0 μL 二氯甲烷 (20 ℃ 时, 1 μL 二氯甲烷的质量为 1.326 mg), 加水至刻度, 充分混匀, 配制成二氯甲烷浓度为 132.6 mg/L 的标准贮备液。

7 样品的采集、运输和保存

- 7.1 样品的采集: 按 GBZ/T 295 要求采集班末尿液样品 50mL, 尿液样品比重检测不合格 (尿比重 < 1.010, 或尿比重 > 1.030) 的样品, 应重新进行尿液样品采集。
- 7.2 样品空白的采集: 用聚乙烯塑料瓶采集去离子水作为样品空白。
- 7.3 将采集后的样品和样品空白置于清洁容器中冷藏运输, 样品置于 -20 ℃ 下可保存 7 d。

8 分析步骤

- 8.1 标准系列溶液的配制与测定: 用非职业接触人员尿液将标准贮备液采用逐级稀释方法配制成二氯甲烷浓度为 0.00 mg/L~1.33 mg/L 标准系列溶液。分别准确量取 7.00 mL 标准系列溶液加入已装有 6 g 无水硫酸钠的顶空瓶中; 参照仪器操作参考条件, 将气相色谱仪调节至最佳测定状态, 分别测定标准系列溶液, 测得二氯甲烷峰面积后, 与相应的二氯甲烷浓度 (mg/L) 计算线性回归方程。
- 8.2 样品处理与测定: 将尿液样品恢复至室温后, 准确量取 7.00 mL 加入已装有 6 g 无水硫酸钠的顶空瓶中; 用测定标准系列溶液的操作条件测定样品和样品空白, 以保留时间定性, 测得峰面积后由回归方程计算尿液样品中二氯甲烷的浓度。若尿液样品中二氯甲烷的浓度超出测定范围, 需要重新量取尿液样品并用非职业接触人员尿液稀释并测定, 计算时乘以稀释系数。
- 8.3 质量控制: 非职业接触人员尿液应检测无待测物后使用; 检测过程质量控制应按照 GBZ/T 295 的要求进行。

9 计算

- 9.1 按式 (1) 计算尿中二氯甲烷的浓度:

$$\rho_1 = \rho_0 \times f \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_1 ——尿液样品中二氯甲烷的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 ——测得尿液样品中二氯甲烷的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

f ——稀释系数。

9.2 按式(2)计算尿中二氯甲烷的比重校正浓度:

$$\rho = \rho_1 \times \frac{1.020 - 1.000}{d - 1.000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ ——尿中二氯甲烷的比重校正浓度,单位为毫克每升(mg/L);

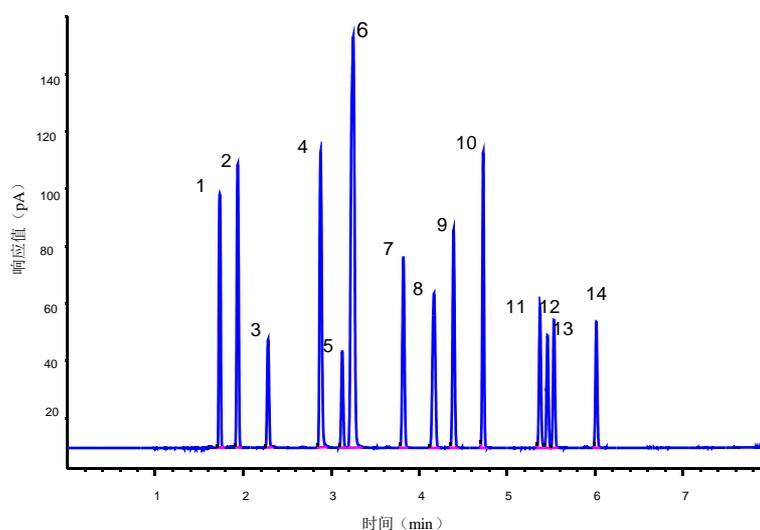
ρ_1 ——尿液样品中二氯甲烷的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

d ——尿液样品的比重。

10 说明

10.1 本法检出限为0.01 mg/L,定量下限为0.04 mg/L(按取7.00 mL尿样计),测定范围为0.04 mg/L~1.33 mg/L;相对标准偏差为2.4%~8.0%;加标回收率为87.2%~100.2%。

10.2 在本法条件下,尿样中可能含有的甲醇、乙醇、丙酮、正己烷、环己烷、苯、甲苯、乙苯、二甲苯、三氯乙烯、四氯乙烯、三氯甲烷、1,2-二氯乙烷等不干扰二氯甲烷的测定,尿样测定的气相色谱图见图1。



说明:

1 ——正己烷;

2 ——环己烷;

3 ——丙酮;

4 ——甲醇;

5 ——二氯甲烷;

- 6 ——乙醇/苯；
- 7 ——三氯乙烯；
- 8 ——三氯甲烷/四氯乙烯；
- 9 ——甲苯；
- 10——1,2-二氯乙烷；
- 11——乙苯；
- 12——对二甲苯；
- 13——间二甲苯；
- 14——邻二甲苯。

图 1 尿样中二氯甲烷测定的气相色谱图

