

GC Smart+HS-10 测定生物样品血液中甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、丙酮和正丁醇含量

GC-100

摘要：本文利用岛津 GC Smart 气相色谱仪结合 HS-10 顶空自动进样器，建立了生物样品血液中甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、丙酮和正丁醇的顶空 - 气相色谱检测方法。采用内标法，使用叔丁醇作为内标化合物，在 0.1~3 mg/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 均大于 0.999，检出限均小于 0.01 mg/mL。用浓度为 1mg/mL 的标准溶液验证重复性，重复进样 6 针，峰面积 RSD 均小于 3%。用 0.1 mg/mL 的标准溶液测试回收率，6 种化合物的加标回收率为 98.6-112.9% 之间。该方法可用于生物样品血液中乙醇等化合物的快速定量测定。

关键词：GC Smart HS-10 血液 乙醇

血液中酒精浓度与人的反应时间以及判断直接相关，世界各地的司法部门对车辆驾驶人的血液中酒精浓度 (mg/100 mL) 有严格的限制。酒精中毒作为一种最常见的成瘾行为，也是法医学和毒理学的一个重要课题。临床上对酒精中毒主要是根据患者饮酒史及临床症状做出诊断，但对酒精中毒程度的判定则主要依靠血液中酒精浓度。法医在处理酒精中毒类案件时，除做全面的现场勘查和调查外，对体内乙醇含量的测定至关重要，乙醇含量测定结果往往成为解决问题的关键。因此，快速准确检测人血液中乙醇含量具有重要的现实意义。

顶空 - 气相色谱检测方法是检测血液中乙醇浓度最常用的方法，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 1073-2013)，利用岛津公司新机型 GC Smart 气相色谱仪结合 HS-10 顶空自动进样器，对血液中乙醇含量进行了分析。实验结果表明：线性，检出限，精密度等结果符合国家标准要求，所有化合物在 7 分钟内实现分离，且仪器配置性价比较高。本方法适用于公安司法鉴定领域测定人体血液中的乙醇，甲醇，丙酮等化合物浓度。

实验部分

1.1 仪器

GC Smart 气相色谱仪

1.2 分析条件

GC 条件：

色谱柱：SH-Rtx-BAC1, 30 m×0.32 mm×1.8 μ m

进样口温度：120℃

进样方式：分流进样，分流比 10:1

载气控制方式：恒线速度

色谱柱流量：2.5 mL/min

柱温程序：40℃ (5 min)_50℃ /min_150℃ (2 min)

FID 检测器温度：250℃

HS-10 条件：

恒温炉温度：65℃

样品流路温度：105℃

传输线温度：110℃

恒温时间：5 min

样品瓶加压时间：0.1 min

导入平衡时间：0.1min

进样时间：1 min

样品瓶加压用气压：160 kPa

1.3 样品制备

配制系列浓度为 0.1, 0.2, 0.5, 0.8, 1.0, 2.0, 3.0 mg/ml 的甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、丙酮和正丁醇的对照品标准溶液，用水配制 0.04 mg/ml 的叔丁醇内标工作液。取以上标准溶液 100 μ L 及 500 μ L 叔丁醇工作液置于顶空小瓶内，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

2.1 标准样品色谱图

7 种混标溶液色谱图如图 1 所示，标液组分相关信息见表 1。

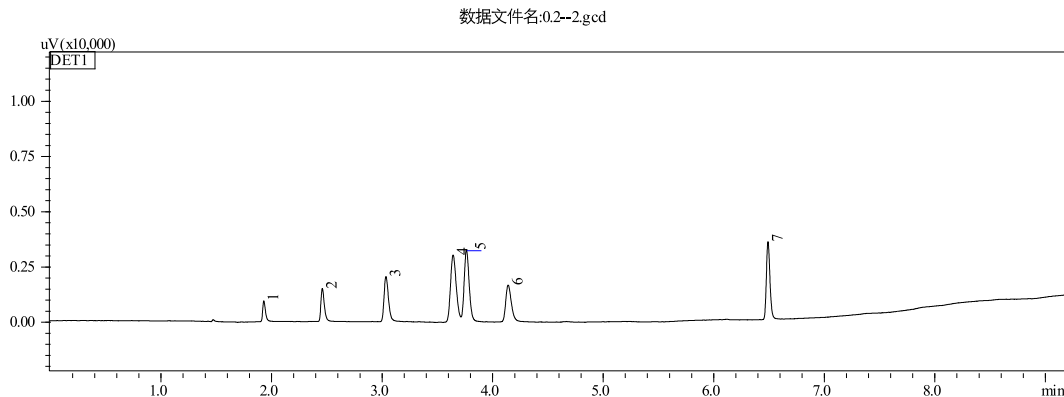


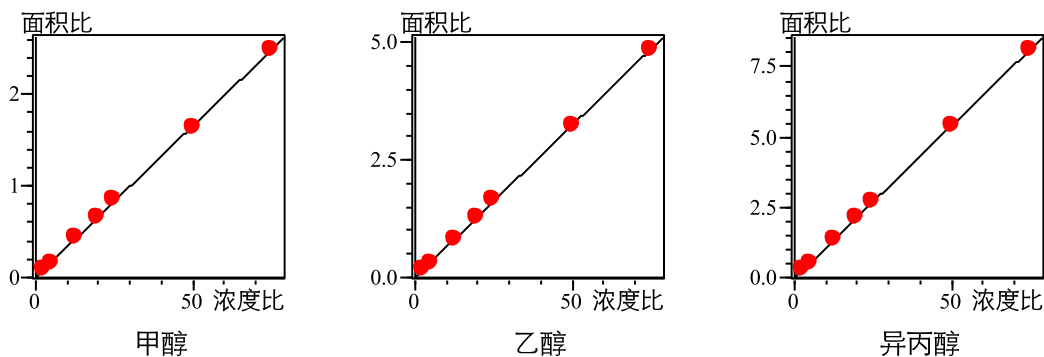
图1 标准样品色谱图(0.2 mg/mL)

表1 标液组分信息

No.	中英文名称	CAS号	保留时间(min)
1	甲醇 (Methanol)	67-56-1	1.939
2	乙醇 (Ethanol)	64-17-5	2.468
3	异丙醇 (Isopropanol)	67-63-0	3.044
4	叔丁醇 (tert-Butanol)	75-65-0	3.651
5	丙酮 (Acetone)	67-64-1	3.772
6	正丙醇 (n-propanol)	71-23-8	4.149
7	正丁醇 (n-butanol)	71-36-3	6.500

2.2 标准曲线及检出限

使用水配制混合标准系列，浓度分别为 0.1、0.2、0.5、0.8、1.0、2.0、3.0 mg/mL。以浓度比为横坐标，峰面积比为纵坐标，制作标准曲线。各组分标准曲线如图 2 所示，各组分标准曲线相关系数及检测限见表 2。



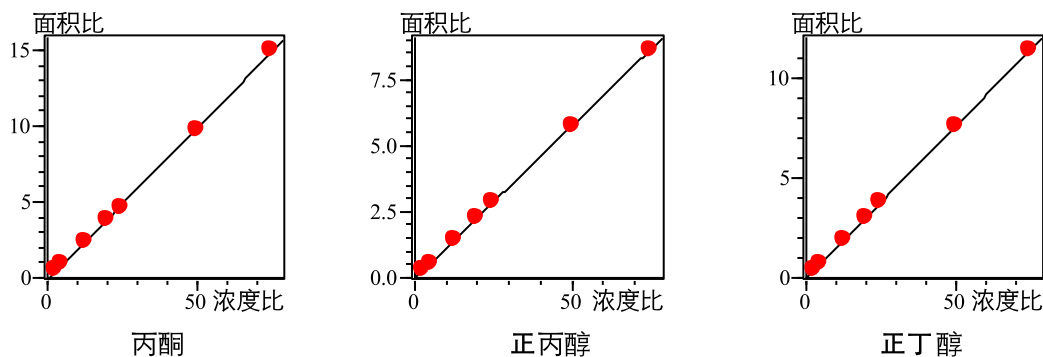


图2 标准曲线

表2 目标化合物标准曲线相关系数及检出限

No.	组分名称	相关系数	检出限 (mg/mL)
1	甲醇	0.9999	0.008
2	乙醇	0.9999	0.008
3	异丙醇	0.9999	0.007
4	丙酮	0.9995	0.005
5	正丙醇	0.9999	0.008
6	正丁醇	0.9999	0.004

2.3 重复性

用浓度为 1 mg/mL 的标准溶液，重复进样 6 次，面积重复性良好，详细结果见表 3。

表3 7种化合物峰面积重复性结果(n=6)

No.	名称	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD%
1	甲醇	10683	11101	10658	10765	10731	10888	10804	1.54
2	乙醇	21262	21504	21045	21391	20099	21267	21095	2.42
3	异丙醇	39094	39584	40241	40935	39713	39269	39806	1.71
4	叔丁醇	16653	17064	16280	16090	15826	16203	16353	2.69
5	丙酮	68239	67898	67290	66649	64300	65700	66680	2.22
6	正丙醇	40280	38785	37558	38188	37332	37861	38334	2.82
7	正丁醇	54004	54421	51588	51082	52581	51630	52551	2.63

2.4 回收率测试

将高浓度混标溶液添加到空白血液基质中，配制成 0.1mg/mL 的浓度，按照样品前处理方法制备，平行制样 6 次，回收率结果见表 4。

表4 加标回收率测试结果(n=6)

No.	化合物名称	平均回收率(%)	RSD%
1	甲醇	98.6	1.56
2	乙醇	100.1	2.31
3	丙酮	101.8	1.67
4	异丙醇	112.9	2.31
5	正丙醇	102.1	1.14
6	正丁醇	105.1	2.53

■ 结论

采用岛津公司 GC Smart 气相色谱仪结合 HS-10 顶空自动进样器分析生物样品血液中乙醇、甲醇等化合物，方法操作简单，仪器配置性价比高，在 0.1~3 mg/mL 浓度范围内，6 种化合物线性良好，相关系数均大于 0.999，检出限均小于 0.01 mg/mL。用浓度为 1 mg/mL 的标准溶液验证重复性，峰面积 RSD 均小于 3%。在 0.1mg/mL 添加浓度下，6 种化合物的加标回收率为 98.6-112.9% 之间。该方法操作方便、重现性好、回收率高，适合血液中乙醇等化合物含量的快速准确检测。