

## 中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 318.1—2018

---

### 血中三甲基氯化锡的测定 第 1 部分：气相色谱法

Determination of trimethyltin chloride (TMT) in blood —  
Part 1: Gas chromatographic 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。

GBZ/T 318《血中三甲基氯化锡的测定》分为两个部分：

——第1部分：气相色谱法；

——第2部分：气相色谱-质谱法。

本部分为GBZ/T 318的第1部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分起草单位：广东省职业病防治院、深圳市职业病防治院、深圳市罗湖区疾病预防控制中心、深圳市龙岗区疾病预防控制中心。

本部分主要起草人：吴邦华、戎伟丰、易娟、赖少阳、刘丽、何嘉恒、吴川、蔡金敏、谢玉璇、刘奋、何俊涛、赖璟琦、张英、蔡志斌、刘渠、张文、林怡然、负建培、张英。

# 血中三甲基氯化锡的测定 第1部分：气相色谱法

## 1 范围

GBZ/T 318的本部分规定了测定血中三甲基氯化锡的气相色谱法。  
本部分适用于职业接触人员血中三甲基氯化锡的测定。

## 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 职业卫生生物监测方法 总则

## 3 原理

血中三甲基氯化锡用四乙基硼酸钠衍生成为三甲基乙基锡，经正己烷萃取，气相色谱火焰光度检测器（硫滤光片）检测，以保留时间定性，峰面积定量。

## 4 仪器

- 4.1 肝素钠抗凝采血管，5mL。
- 4.2 离心机，0r/min ~3000r/min。
- 4.3 微量注射器，1 $\mu$ L、10 $\mu$ L、50 $\mu$ L、100 $\mu$ L。
- 4.4 具塞玻璃管：15mL，配有聚四氟乙烯密封盖。
- 4.5 旋涡振荡器。
- 4.6 气相色谱仪，火焰光度检测器（硫滤光片）。

仪器操作参考条件：

- 色谱柱：30 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.25 $\mu$ m 二苯基-95%二甲基硅氧烷共聚物（HP-5）；
- 柱温：初温50 $^{\circ}$ C，保持7.0min，以20 $^{\circ}$ C/min升至200 $^{\circ}$ C；
- 进样口温度：250 $^{\circ}$ C；
- 检测器温度：200 $^{\circ}$ C；
- 氢气流量：50mL/min；
- 空气流量：60mL/min；
- 载气（氮气）流量：1.0mL/min；
- 分流比：5:1。

## 5 试剂

- 5.1 实验用水为去离子水。
- 5.2 三甲基氯化锡，优级纯 (>99.8%)。
- 5.3 四乙基硼酸钠，优级纯。
- 5.4 四氢呋喃，分析纯。
- 5.5 乙酸钠，分析纯。
- 5.6 冰醋酸，分析纯。
- 5.7 正己烷，色谱纯。
- 5.8 乙腈，色谱纯。
- 5.9 衍生剂：称取 0.1 g 四乙基硼酸钠，加入 10mL 四氢呋喃溶解，配成 1% 四乙基硼酸钠-四氢呋喃溶液，该溶液置于 4℃ 冰箱中避光保存，可稳定 1 个月。
- 5.10 缓冲液 (pH 4.0±0.2)：在 120mL 水中加入 0.6g 乙酸钠，再加 1.4 mL 的冰醋酸。
- 5.11 标准溶液：于 10mL 容量瓶中，加入少量水，准确称量后，加入一定量的三甲基氯化锡，再准确称量，加水至刻度；由 2 次称量之差计算此溶液的浓度，为标准贮备液 (浓度约为 5mg/mL)，此液在 4℃ 冰箱内可储存 6 个月。临用前，用水稀释成 50.0μg/mL 三甲基氯化锡标准溶液。或购买经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液物质。

## 6 样品采集、运输和保存

用肝素钠抗凝采血管采集接触三甲基氯化锡工人的血样 5mL，于室温或冷藏运输，尽快置于 4℃ 冰箱中存放，样品可保存 15d。

## 7 分析步骤

7.1 样品处理：将血样从冰箱中取出，放置恢复到室温后，充分摇匀。准确吸取 1.0mL 血样于 15mL 具塞玻璃管中，加入 2.0mL 缓冲液，摇匀后加入 7.0mL 乙腈，密封后振荡 1min 以充分沉淀蛋白，再以 3000r/min 离心 1min，将上层清液全部转移至另一 15mL 具塞玻璃管中，加入少量乙腈洗涤沉淀，合并洗涤液于 15mL 具塞玻璃管中，加入 0.2mL 衍生剂，混合后准确加入 1.0mL 正己烷，密封后振荡 5min，静置或离心分层后取上层有机相 1.0μL 分析。若样品中三甲基氯化锡浓度超过测定范围，可用正己烷稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

7.2 试剂空白处理：用 1.0mL 水代替血样，按样品同样处理，做试剂空白。

7.3 标准系列溶液的配制与测定：在 15mL 具塞玻璃管中加入 1.0mL 水，再加入标准溶液，配制成含量为 0.0μg~2.5μg 的三甲基氯化锡标准系列溶液，每个标准系列溶液中再加入 2.0mL 缓冲液，摇匀后加入 7.0mL 乙腈和 0.2mL 衍生剂，混合后准确加入 1.0mL 正己烷，密封后振荡 5min，静置或离心分层后取上层有机相 1.0μL 分析。参照仪器操作条件，将气相色谱仪调节至最佳测定状态，分别进样 1.0μL 的正己烷萃取液，测定各标准系列溶液。以测得的峰面积值对相应的三甲基氯化锡含量 (μg) 绘制标准曲线或计算回归方程。

7.4 样品测定：用测定标准系列溶液的操作条件测定样品和试剂空白的峰面积，由标准曲线或回归方程得三甲基氯化锡的含量(μg)。

## 8 计算

按式(1)计算血中三甲基氯化锡的浓度。

$$C = \frac{m \times 1000}{V \times D} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$C$ ——血中三甲基氯化锡的浓度，单位为微克每升(μg/L)；

$m$ ——血中三甲基氯化锡的含量(减去试剂空白)，单位为微克(μg)；

$V$ ——取血样的体积，单位为毫升(mL)；

$D$ ——血中三甲基氯化锡的回收率，%。

## 9 说明

9.1 本法的检出限为0.007μg，定量下限为0.035μg，最低检出浓度为7.0μg/L(以取血样1.0mL计)，最低定量浓度为35μg/L(以取血样1.0mL计)。测定范围为0.007μg~2.500μg，相对标准偏差为1.8%~4.2%。

9.2 本法平均回收率为76.4%。

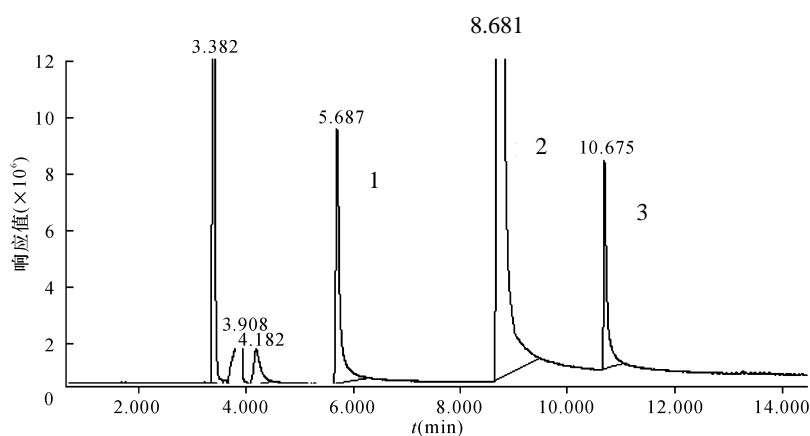
9.3 本法可采用性能类似的其他毛细管色谱柱。

9.4 血中与三甲基氯化锡共存的二甲基二氯化锡、甲基三氯化锡对测定不干扰。

9.5 血样的采集没有时间限制，由于三甲基氯化锡主要分布在红细胞中，因此不能采用血浆进行检测，应采用全血样品检测。

9.6 检测的质量保证遵守GBZ/T 295。

9.7 色谱图见图1。



注：1——三甲基乙基锡(5.687 min)；

2——二甲基二乙基锡(8.681 min)；

3——三乙基甲基锡(10.675 min)。

图1 三甲基氯化锡衍生物、二甲基二氯化锡衍生物和甲基三氯化锡衍生物的分离图