

尿中丙酮-頂空技術氣相層析儀離子火燄偵測器法

方法編號：BM011	
有害物中文名：丙酮 空氣中容許濃度：750 ppm 分子式：C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O	有害物英文名：Acetone CAS 編號：00067-64-1 分子量：58.06
標的物中文名：尿中丙酮 分子式：C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O 指標值：50 µg/mL (ACGIH) <sup>(1)</sup>	標的物英文名：Acetone in Urine 分子量：58.06 CAS 編號：00067-64-1
<b>生物檢體採樣</b>	<b>分析方法</b>
檢體樣本：尿液 採集時機：下班前 採集量：50~100 mL 採集器：PP 或 PE 材質容器 樣品運送方式：4 °C 以下 樣品儲存：-20°C 樣品穩性：-20°C @28 天	分析儀器：GC-FID 待測物：Acetone 標準樣品：製備不同濃度丙酮之混合尿液，並加入 3-戊酮(內標準品)和碳酸鉀 進樣體積：頂空蒸氣注射 1 mL 管柱：Restack Rtx-624 (內徑: 0.53 mm, 長度 30 m, 膜厚 5 µm) 載流氣體(N <sub>2</sub> )：15 mL/min 分流類型：不分流 儀器溫度條件： 注射口：200°C 管柱升溫程式： 10°C/ min      40°C/ min 50°C(2 min) → 90°C → 150°C(0.5 min) 偵測器：230°C
<b>精密度與準確度</b>	<b>檢量線</b>
測試濃度：9.48、79 µg/mL 準確度(回收率)：100.97 % 精密度：(Within): CV% = 2.88%	檢量線範圍：1.04-126.40 µg/mL 線性相關係數: r > 0.995 偵測極限: 0.30 µg/mL 可量化最低濃度: 1.04 µg/mL
附註： (1)德國 DFG 生物容忍值(BAT)為 80 µg/mL。	

## 1. 試劑

- 1.1 丙酮，試藥級，純度>99.5%。
- 1.2 3-戊酮，試藥級，純度>99.0%。
- 1.3 碳酸鉀，試藥級，純度>99.9%。

## 2. 設備

- 2.1 玻璃樣品瓶: 10 mL，23 x 45 mm，Teflon/silicon 墊片。
- 2.2 氣密微量注射針: 10 mL，gas-tighted。
- 2.3 定量瓶: 10、15、100、500 mL。
- 2.4 分離管柱: Restack Rtx-624 (內徑: 0.53 mm，長度 30 m，膜厚 5  $\mu$ m)。
- 2.5 氣相層析儀: 配備 FID 偵測器，Varian 3400。
- 2.6 乾式加熱槽(dry bath)。
- 2.7 離心機。

## 3. 檢體採集、運送及儲存

- 3.1. 受試者須事前換下工作服並洗淨雙手，直接將尿液收集於PP或PE 材質容器的廣口瓶中，混合均勻，每一樣品應至少收集 50 mL。將採樣瓶交於採集人員，加蓋密封及貼上樣品標籤。
- 3.2. 運送(維持 4°C 以下): 若使用冰寶，先於攜帶式冰箱底層排放一層冰寶而樣品應置於冰寶夾層中。若使用乾冰，採樣前將整塊乾冰以牛皮紙或舊報紙包上數層，再放於攜帶式冰箱帶至採集現場。樣品收集後，將乾冰擊成五公分直徑大小碎塊。先於攜帶式冰箱底層鋪放一層乾冰而樣品應置於乾冰夾層中。樣品應由專人儘快送至分析實驗室儲存。

注意事項：處置乾冰時，應戴棉質厚手套，以免凍傷。

3.3.儲存：在-20°C 冷凍櫃中，樣品只可維持 28 天。

#### 4. 檢量線與品管樣品

##### 4.1.檢量線樣品

4.1.1. 於丙酮濃度為 1.04-126.40 µg/mL 之間至少配製 5 種濃度標準液，取前述濃度範圍內的尿液樣品 5 mL，並加入 15 µL 內標準品(3-戊酮，濃度為 810 µg/mL)和 2.5 gm 碳酸鉀，置於 10 mL 玻璃樣品瓶中，密封後以 80°C 加熱 15 分鐘，立即以氣密微量注射針取 1 mL 樣品蒸氣分析之。

4.1.2. 以氣相層析儀中丙酮及內標準品面積比值對丙酮標準品濃度繪製檢量線。

##### 4.2.品管樣品

4.2.1. 每 15 個樣品，測試一次檢量線標準品，以確定檢量線的適用性。測試結果之相對誤差 ( $\%RE=100\% \times (\text{measured} - \text{reference}) / \text{reference}$ ) 應小於 25%。

4.2.2. 每 15 個樣品，至少測試一次添加樣品(spiked sample)，以檢查回收率。其容許範圍應在 75%~125% 之間，而最高與最低回收率相差應在 40%之內。

#### 5. 樣品前準備

5.1.尿液檢體解凍後，以 4°C，轉速 3000 rpm 離心 10 分鐘，取 5 mL 尿液與 15 µL 內標準品(3-戊酮，濃度為 810 µg/mL)混合並加入 2.5 gm 碳酸鉀，再將上述溶液置於玻璃樣品瓶中，密封後以 80°C 加熱 15 分鐘，立即以氣密微量注射針取 1 mL 樣品蒸氣上機分析。

## 6. 儀器分析

### 6.1. 儀器分析條件

	條 件
儀 器	氣相層析儀(Varian 3400)
偵測器	火焰離子偵測器(FID)
管柱	Restack Rtx-624 (內徑: 0.53 mm, 長度 30 m, 膜厚 5 $\mu$ m)
進樣體積	頂空蒸氣注射 1 mL
溫度條件	注射口: 200 $^{\circ}$ C 管柱: 10 $^{\circ}$ C/min 40 $^{\circ}$ C/min 50 $^{\circ}$ C (2 min) $\longrightarrow$ 90 $^{\circ}$ C $\longrightarrow$ 150 $^{\circ}$ C (0.5 min) 偵測器: 230 $^{\circ}$ C
氣體流速	Carrier gas(N <sub>2</sub> ): 15 mL/min Air: 300 mL/min H <sub>2</sub> : 30 mL/min

### 6.2. 分析圖譜

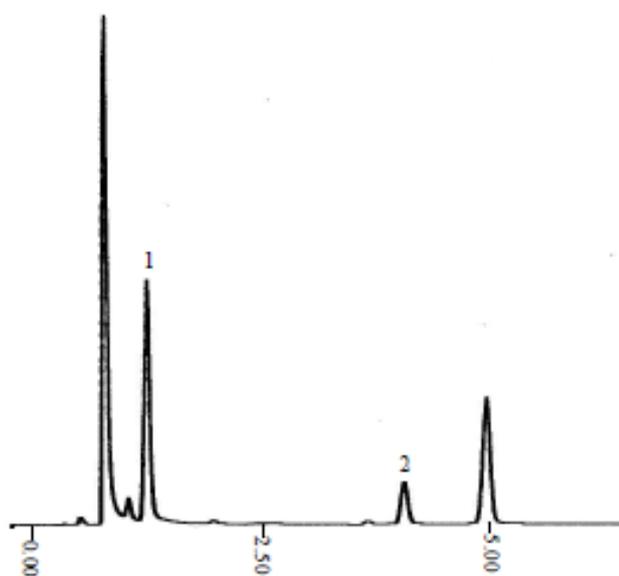


圖 1 空白尿液中添加 31.6  $\mu$ g/mL 丙酮(波峰 1)及 2.43  $\mu$ g/mL 3-戊酮(波峰 2)之氣相層析圖

## 7. 計算

7.1.以氣相層析儀中丙酮及內標準品面積比值對丙酮標準品濃度繪製檢量線。

7.2.以檢量線回歸算出相對應的丙酮濃度( $\mu\text{g/mL}$ )

## 8. 方法評估

### 8.1.儀器分析條件

	方法制定	方法驗證
儀器分析條件	GC-FID Restack Rtx-624 (內徑: 0.53 mm, 長度 30 m, 膜厚: 5 $\mu\text{m}$ )	GC-FID RESTEK Stabilwax (內徑: 0.53 mm, 長度 30 m, 膜厚: 5 $\mu\text{m}$ )
	注射口: 200 $^{\circ}\text{C}$ 管柱: 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 40 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 50 $^{\circ}\text{C}$ (2 min) $\rightarrow$ 90 $^{\circ}\text{C}$ $\rightarrow$ 150 $^{\circ}\text{C}$ (0.5 min) 偵測器: 230 $^{\circ}\text{C}$	注射口: 200 $^{\circ}\text{C}$ 管柱: 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 40 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 50 $^{\circ}\text{C}$ (2 min) $\rightarrow$ 90 $^{\circ}\text{C}$ $\rightarrow$ 150 $^{\circ}\text{C}$ (0.5 min) 偵測器: 230 $^{\circ}\text{C}$
檢量線	範圍: 1.04-126.40 $\mu\text{g/mL}$ $r > 0.995$	範圍: 5-150 $\mu\text{g/mL}$ $r=0.998$
回收率	100.97%	99.51%
精密度	2.88%	7.54%

### 8.2.精密度評估

添加濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )	樣品數	檢測值( $\mu\text{g/mL}$ )	變異係數 (%)
25	6	26.48 $\pm$ 2.32	8.77
50	6	47.51 $\pm$ 2.99	6.31

### 8.3.添加回收率

添加濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )	樣品數	檢測值( $\mu\text{g/mL}$ )	添加回收率 (%)
25	3	26.26 $\pm$ 9.91	105.03
50	3	46.99 $\pm$ 3.40	93.99

## 9. 參考文獻

- [1] 行政院勞工委員會勞工安全衛生研究所八十九年度研究計畫(IOSH89-A309)：丙酮生物偵測技術研究。
- [2] American Conference of Governmental Industrial Hygienists :  
ACGIH ,2011 TLV® and BEI® Based on the documentation  
of the Threshold Limit Values for Chemical Substances and  
Physical Agents & Biological Exposure Indices.

## 10. 方法撰寫人員

### 10.1. 方法開發

撰寫日期：民國 101 年 9 月

周瑞淑，勞工安全衛生研究所

### 10.2. 方法評估

蔡詩偉，台灣大學環境衛生研究所