

顶空 - 气相色谱法测定尿液中丙酮含量

GC-261

摘要：本文参考国家职业卫生标准《GBZ/T 309-2018 尿中丙酮的测定 顶空 - 气相色谱法》，利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪结合 HS-10 顶空进样器，建立了尿液中丙酮含量的测定方法。在 1.0~160 mg/L 范围内建立标准曲线，丙酮相关系数为 0.9996，线性关系良好。取浓度为 1.0 mg/L 的标准溶液，连续 6 次进样，丙酮峰面积 RSD 值为 2.12%，重复性良好。对尿液样品进行 5.0 mg/L 的加标实验，平均加标回收率为 99.78%。该方法简单快捷，重复性好，能够有效、准确的分析尿中丙酮含量。

关键词：顶空 气相色谱法 尿液 丙酮

技术特点：

- ❖ 顶空进样，尿液无需前处理，操作简单。
- ❖ 使用自动顶空进样器替代标准中的水浴加热手动顶空进样，重复性好。

丙酮是实验室和工业上广泛使用的有机溶剂，其挥发性较强，对黏膜具有一定的刺激作用，能使中枢神经系统产生麻醉和抑制作用。职业接触丙酮的生物标志物主要有尿丙酮、血丙酮及肺泡气丙酮。丙酮本身是人体内正常的内源性物质。健康成人在非禁食状态下，血浆中丙酮正常值为 0.41 ~4.35 mg / L，尿中丙酮正常值为 0.31~ 3.02 mg / L。研究表明，尿中丙酮浓度与丙酮接触人群的环境暴露浓度相关性最高，是丙酮生物监测的最佳生物标志物。在较低的暴露浓度时班末尿液中就会产生过量的丙酮，从而可以与体内正常产生的丙酮含量进行区分。但是当人体代谢紊乱，如糖尿病，体内脂肪和蛋白质的快速分解，会产生大量酮体，从而导致血、

尿中丙酮浓度的异常增高。因此，在对作业人员进行生物监测时，应排除这些因素，避免对测定结果的干扰。综上所述，丙酮作为一种常用的有机溶剂，对人体的危害值得关注。运用快速、灵敏、适用的检测手段对丙酮生物接触剂量进行监测，是预防丙酮对人体危害的有效手段，同时也可以作为糖尿病等代谢性疾病监测的有效方法。

本文参考国家职业卫生标准《GBZ/T 309-2018 尿中丙酮的测定 顶空—气相色谱法》，利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪结合 HS-10 顶空进样器，建立了尿液中丙酮含量的测定方法。方法重复性好，能有效的检测尿中丙酮含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

GC-2010 Pro 气相色谱仪
HS-10 顶空进样器

1.2 分析条件

1.2.1 HS-10 条件

恒温炉温度：50°C	样品流路温度：90°C
恒温时间：20 min	传输线温度：100°C
加压压力：90 kPa	进样量：1 mL

1.2.2 GC 条件

色谱柱：SH-Stabilwax-DA, 30 m×0.25 mm×0.25 μm	
柱温程序：60°C (4 min)_25°C /min_200°C (1 min)	
进样口温度：200°C	检测器：FID 检测器
载气：氮气	检测器温度：250°C

载气控制模式：恒线速度
线速度：26.0 cm/sec
进样方式：分流进样
分流比：30:1

空气流量：400 mL/min
氢气流量：40 mL/min
尾吹气流量：30 mL/min

■ 样品前处理

取待测尿液 3 mL 于 20 mL 顶空瓶，加入 4 g 无水硫酸钠，压盖，混匀。50°C 平衡 20 min，经气相色谱仪测定。

■ 结果与讨论

3.1 标准溶液色谱图

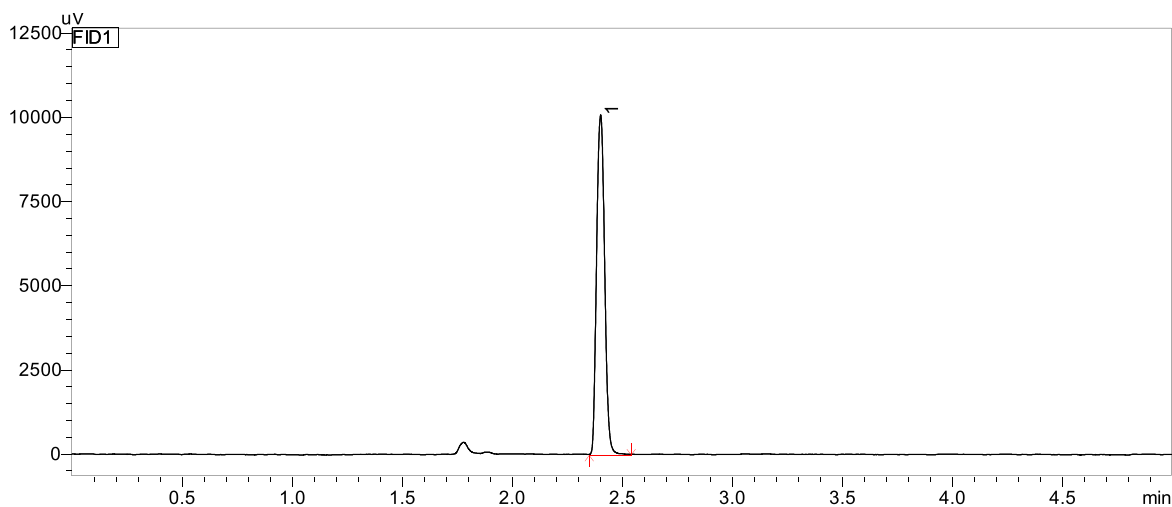


图 1 丙酮标准溶液色谱图 (5.0 mg/L)

表 1 化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间(min)
1	丙酮	acetone	67-64-1	2.403

3.2 标准曲线

配制丙酮标准系列溶液，浓度分别为 1.0、5.0、10、20、40、80、160 mg/L。经测定，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标拟合标准曲线，曲线相关系数为 0.9996，标准曲线如下图所示。

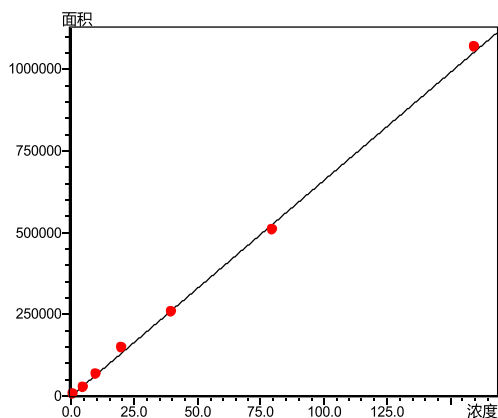


图 2 丙酮标准曲线

3.3 重复性测试及检出限

取浓度为 1.0 mg/L 的丙酮标准溶液，连续 6 次进样，考察重复性。结果见表 3。取该浓度以 3 倍信噪比计算出丙酮的检出限为 0.09 mg/L。

表 2 重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	丙酮	5219	5315	5199	5445	5458	5256	2.12

3.4 加标回收率测试

平行取 3 份尿液样品，添加丙酮标准品，添加浓度为 5.0 mg/L。经测定，加标回收率结果见表 3。

表 3 回收率结果

No.	化合物名称	尿液含量 (mg/L)	测定值 (mg/L)			平均回收率 (%)
			1	2	3	
1	丙酮	0.404	5.424	5.286	5.468	99.78

3.5 样品测定

取尿液样品进行测定。某尿液样品色谱图如下所示。计算尿液中丙酮含量时，按标准要求标准曲线得到的丙酮浓度，需要乘上尿液的比重系数。具体测定结果见表 3。

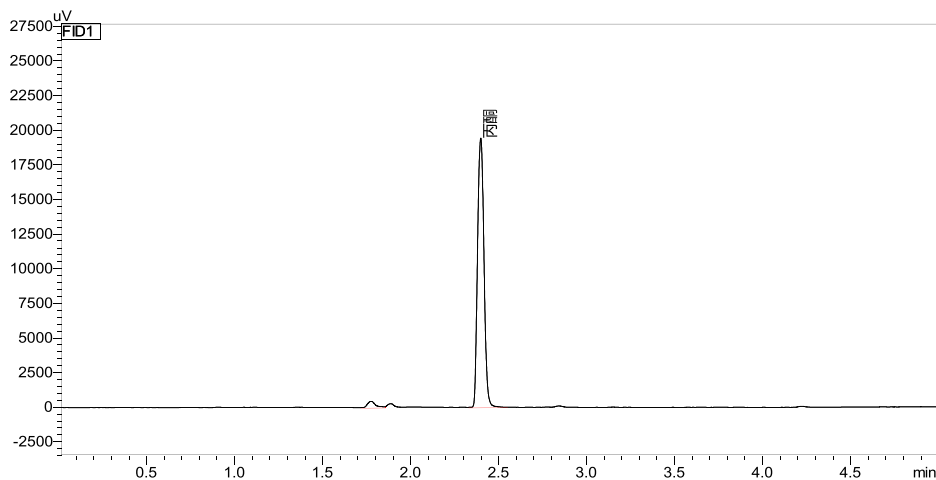


图 3 某尿液样品色谱图

表 4 尿液测定结果

样品名称	丙酮含量 (mg/L)
尿液 #1	0.32
尿液 #2	5.34

■ 结论

本文利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪结合 HS-10 顶空进样器，参考国家卫生标准，建立了尿液中丙酮含量的测定方法。在 1.0~160 mg/L 范围内建立标准曲线，丙酮相关系数为 0.9996，线性关系良好。取浓度为 1.0 mg/L 的标准溶液，连续 6 次进样，丙酮峰面积 RSD 值为 2.12%，重复性良好。加标实验中平均加标回收率为 99.78%。该方法简单快捷，重复性好，能够准确分析尿液中丙酮的含量。

岛津应用云

