

## 中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 309—2018

---

### 尿中丙酮的测定 顶空-气相色谱法

Determination of acetone in urine—

Headspace-gas chromatography 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。

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准主要起草单位：武汉科技大学医学院、湖北中医药大学、武汉市职业病防治院。

本标准主要起草人：梅勇、周婷、宋世震、叶方立、吴磊、孙丹陵、姚群峰、江金凤。

# 尿中丙酮的测定 顶空-气相色谱法

## 1 范围

本标准规定了测定尿中丙酮的顶空-气相色谱法。  
本标准适用于职业接触人员尿中丙酮的测定。

## 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 职业人群生物监测方法 总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

## 3 原理

尿液样品(以下称尿样)中丙酮经过顶空技术预处理后,取一定量的顶空气体注入气相色谱仪,经过毛细管柱分离,氢火焰离子化检测器检测,保留时间定性,峰高或峰面积定量。

## 4 仪器

4.1 玻璃顶空瓶: 20 mL, 配硅胶密封垫。

4.2 恒温水浴锅: 控温精度 $\pm 1$  °C。

4.3 涡旋混合仪。

4.4 电子天平。

4.5 微量注射器: 100  $\mu$ L。

4.6 气密性注射器: 1 mL。

4.7 聚乙烯塑料瓶: 50 mL。

4.8 尿比重计。

4.9 气相色谱仪, 氢火焰离子化检测器, 仪器操作参考条件:

- a) 色谱柱: 30 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.25  $\mu$ m, 二甲基聚硅氧烷(100%)毛细管色谱柱, 或硝基对苯二甲酸改性的聚乙二醇毛细管柱; 或者使用相同极性的毛细管色谱柱。
- b) 柱温: 60 °C;

- c) 进样口温度：150 ℃；
- d) 检测器温度：200 ℃；
- e) 载气（氮气）流量：1.2 mL/min；
- f) 氢气流量：30 mL/min；
- g) 分流比：10:1。

## 5 试剂

5.1 实验用水：按照 GB/T 6682 执行。

5.2 丙酮，色谱纯。

5.3 盐酸，分析纯。

5.4 无水硫酸钠，分析纯。

5.5 丙酮标准溶液：于 100 mL 容量瓶中预先加入 50.0 mL 水，用微量注射器准确量取 100.0  $\mu$ L 丙酮加入容量瓶中，加水至刻度，充分混匀，此溶液为 788.0 mg/L 丙酮标准溶液或使用购买的标准物质。

## 6 样品的采集、运输和保存

用聚乙烯塑料瓶采集丙酮接触者下班前 1 h 内班末尿，盖紧密封，送回实验室，测量比重后，按 100:1 的比例加入 1:1 的盐酸作防腐剂，尽快测定。尿样在 4 ℃冰箱中可保存一周。

## 7 分析步骤

7.1 样品处理：当天采集的尿样测定前混匀；4 ℃冰箱保存的尿样，取出恢复至室温，充分摇匀后测定。

7.2 标准曲线的绘制：用去离子水将丙酮标准溶液稀释成 0.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L、80.0 mg/L、160.0 mg/L 的标准系列溶液。分别取 3.0 mL 标准系列溶液至顶空瓶中，加入 4.0 g 无水硫酸钠（可加入 4.0 g 氯化钠代替无水硫酸钠），然后立即用配套瓶盖封紧瓶口，涡旋混匀 30 s 后，放入 50 ℃恒温水浴中平衡 20 min，用 1 mL 注射器抽取瓶内上部气体 1.0 mL，迅速注入气相色谱仪，按照 4.9 的操作条件测定，每个浓度平行进样 3 次。以峰高或峰面积均值为纵坐标，丙酮浓度(mg/L) 为横坐标，绘制标准曲线或计算回归方程。

7.3 样品测定：取样品及空白尿样各 3.0 mL，置于顶空瓶中，按照标准系列的操作条件测定，根据峰高或峰面积由标准曲线或回归方程得所对应尿中丙酮的浓度（mg/L）。

## 8 计算

8.1 按式（1）计算尿样换算成标准比重（1.020）下的浓度校正系数（ $k$ ）。

$$k = \frac{1.020 - 1.000}{\text{实测比重} - 1.000} \dots\dots\dots(1)$$

8.2 按式(2)计算尿中丙酮的浓度

$$C = C_0 \times k \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$C$  ——尿中丙酮的浓度, mg/L;

$C_0$  ——由标准曲线或回归方程得到的丙酮浓度, mg/L;

$k$  ——尿样换算成标准比重(1.020)下的浓度校正系数。

## 9 说明

9.1 本法的最低检出浓度为0.67 mg/L, 定量下限为2.2 mg/L; 测定范围为2.2 mg/L~157.6 mg/L, 相对标准偏差为5.7%~9.3%, 平均加标回收率为93.9%~104.5%。

9.2 尿样采集结束后应尽快密封常温运输, 运回实验室后尽快测定, 4℃可保存一周。

9.3 丙酮易挥发, 顶空瓶的气密性需良好, 防止水浴加热过程中丙酮挥发造成损失。

9.4 可参照本实验顶空条件采用全自动顶空分析仪进行分析。

9.5 尿中若同时存在甲醇、二氯甲烷和甲基乙基酮等挥发物质不干扰丙酮的测定; 职业接触异丙醇可导致尿丙酮增高, 应注意识别空气中是否同时存在异丙醇。

9.6 整个检测过程的质量保证应按照 GBZ/T 295 的要求进行。