

尿中甲基甲醯胺氣相層析儀法

方法編號：BM003	
有害物中文名稱：二甲基甲醯胺	有害物英文名稱：DMF
空氣中容許濃度：10 ppm	化學文摘社登記號碼：68-12-2
分子式：C ₃ H ₇ ON	分子量：73
標的物中文名稱：尿中甲基甲醯胺	標的物英文名稱：NMF in Urine
分子式：C ₂ H ₅ ON	化學文摘社登記號碼：123-39-7
參考指標值：15 mg/L (ACGIH)	分子量：59
<p>生物檢體採樣</p> <p>檢體樣本：尿液</p> <p>採集時機：上班前、下班前</p> <p>採集頻率：2 次/日</p> <p>採集量：100 mL/樣品</p> <p>採樣器：PP 或 PE 材質容器</p> <p>樣品保存溫度：-30 °C</p> <p>樣品運送：4°C 以下</p> <p>樣品穩定性：-30 °C @28 天</p>	<p>分析方法</p> <p>分析儀器：GC-FID</p> <p>待測物：甲基甲醯胺 (NMF)</p> <p>樣品前處理：以 30-35 °C 水浴迅速解凍，離心後，混合 2 倍含 NMA 內標準品之甲醇溶液，靜置於冰浴槽中 15-30 分，再離心，上機。</p> <p>標準樣品：NMF 溶於甲醇中</p> <p>樣品注入量：2 μL</p> <p>管柱：RTX 624 毛細管柱(內徑:0.53 mm, 長度 30m, 膜厚: 5μm)</p> <p>儀器溫度條件：注射口：280 °C</p> <p>管柱：97 °C</p> <p>偵測器：270 °C</p> <p>載流氣體(N₂): 0.4 bar</p> <p>空氣: 1.0 bar</p> <p>氫氣:0.45 bar</p> <p>補助氣體(N₂): 0.7 bar</p>
<p>精密度與準確度</p> <p>測試範圍：1~9 μg/mL</p> <p>回收率：90 ± 10 %</p> <p>精密度：<10%</p> <p>準確度：待評估</p>	<p>檢量線</p> <p>檢量線範圍：1~9 μg/mL</p> <p>線性相關係數：r>0.999</p> <p>偵測極限：0.028 μg/mL</p>
<p>附註：</p> <p>(1)根據勞工安全衛生研究所編號 IOSH85-A310 研究計畫成果訂定。</p> <p>(2)美國 ACGIH 推薦的尿中 NMF BEI 值為 15 mg/L，德國 DFG 生物容忍值(BAT) 為 15 mg/L。</p> <p>(3)DMF (dimethylformamide) 二甲基甲醯胺</p>	

NMF (N-methylformamide) 甲基甲醯胺

1. 試劑

- 1.1 NMF，分析級。
- 1.2 甲醇，層析級。
- 1.3 NMA(N-methylacetamide)，純度 94.6% ，分析級。
- 1.4 高純氮：99.99%。
- 1.5 18M Ω -cm 去離子水。

2. 設備

- 2.1 檢體採集器：PP 或 PE 材質容器。
- 2.2 檢體運送：攜帶式冰箱內置乾冰二公斤以上或冰寶 6 個以上，以能維持冰箱溫度 4°C 以下為原則。
- 2.3 微量吸管。
- 2.4 1 mL 、5 mL 吸管。
- 2.5 25 mL 、50 mL、100 mL 定量瓶。
- 2.6 氣相層析儀，FID 偵測器。
- 2.7 離心機。

3. 檢體採集、運送及儲存

- 3.1 收集 10~15mL 尿液於離心試管中。將試管交於採集人員，加上封蓋及貼上樣品標籤。
- 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。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碎塊間。樣品應由專人儘

快送至分析實驗室儲存。

*注意：處置乾冰時，應戴棉質厚手套，以免凍傷。

3.3 儲存：在-30℃冷凍櫃中，樣品可維持 28 天穩定。

4. 檢量線

4.1 NMF 儲存溶液(125 μ g/mL)：取 62.5 μ L NMF 於 50 mL 定量瓶中，以甲醇稀釋至刻度線配成 1250 μ g/mL NMF(A 液)，取 5 mL (A 液)NMF 儲存溶液於 50 mL 定量瓶中，以甲醇稀釋至刻度線配成 125 μ g/mL NMF(a)。

4.2 NMF 儲存溶液(100 μ g/mL)：取 50 μ L NMF 於 50 mL 定量瓶中，以甲醇稀釋至刻度線配成 1000 μ g/mL NMF(B 液)，取 5 mL (B 液)NMF 儲存溶液於 50 mL 定量瓶中，以甲醇稀釋至刻度線配成 100 μ g/mL NMF(b)。

4.3 NMA 內標準品儲存溶液(150 μ g/mL)：取 70.1 μ L NMA 於 50 mL 定量瓶中，以甲醇稀釋至刻度線配成 1500 μ g/mL NMA(C)，取 5 mL NMA(C)於 50 mL 定量瓶中，以甲醇稀釋至刻度線配成 150 μ g/mL NMA 內標準品儲存溶液(c)。

4.4 檢量線樣品：於 25 mL 定量瓶中分別吸取 1.8、0.8、0.2 mL NMF 125 μ g/mL(a)溶液，1.5、0.5、0 mL NMF 100 μ g/mL(b)溶液，再加入 0.35 mL 的內標準儲存溶液，以甲醇稀釋至刻度線，配成濃度分別為 9.0, 4.0, 1.0, 6.0, 2.0, 0 μ g/mL 的標準品，內標準溶液濃度為 2.1 μ g/mL。

4.5 以氣相層析儀中感應訊號值對待測物的濃度繪製檢量線。

5. 品管樣品

5.1 每隔 10 個樣品，測試一次檢量線標準品，以檢查儀器的狀況是否穩定。

5.2 每 10 個樣品，至少測試一次添加樣品(spiked sample)，以檢查回收率。

6. 樣品前準備

6.1 取 2.1 mL NMA 內標儲存溶液(150 μ g/mL) 於 100 mL 定量瓶中，以甲醇稀

釋至刻度線配成 3.15 $\mu\text{g/mL}$ 的內標準溶液，冷藏。

6.2 尿液檢體解凍後，離心 10000 g，20 分鐘，取上清液保留一小部分測 creatinine。

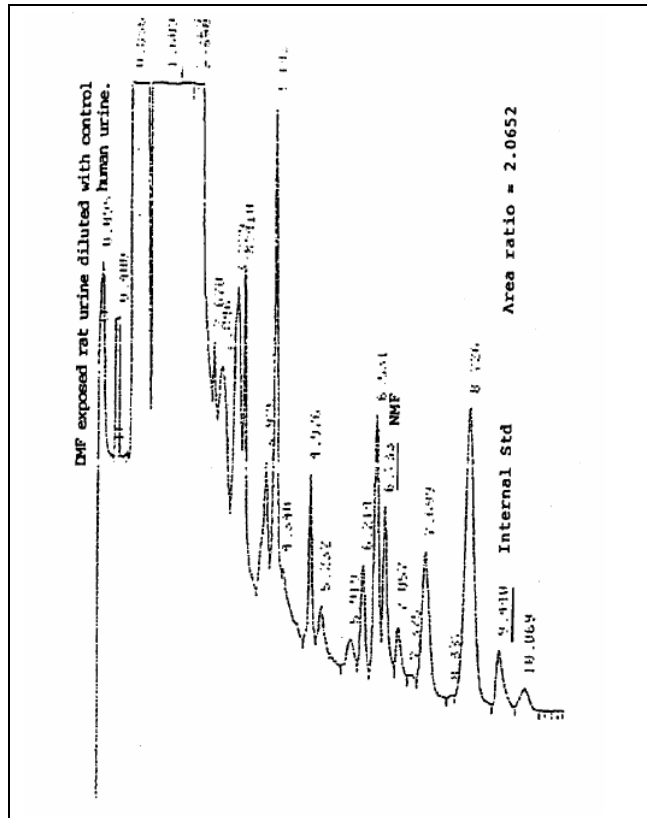
6.2 另取 0.5 mL 尿液檢體上清液加入 1 mL 3.15 $\mu\text{g/mL}$ 的內標準溶液，置於 4 °C 中 15-20 分鐘，離心 10000 g，10 分鐘，取上清液上機。

7. 儀器分析

7.1 儀器分析條件

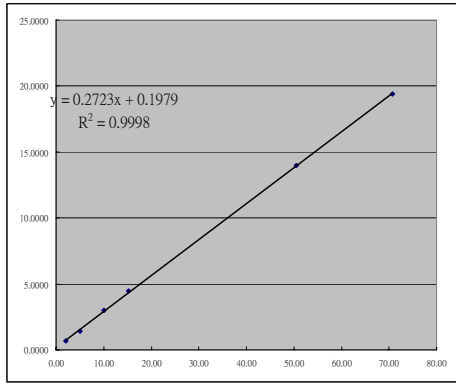
	條 件
儀 器	氣相層析儀
偵測器	FID
管柱	RTX 624 (內徑:0.53 mm, 長度 30m, 膜厚: 5 μm)
進樣體積	2 μL
溫度條件	注射口：280 °C 管柱：97 °C 偵測器：270 °C
氣體流速	載流氣體(N ₂)：0.4 bar 空氣: 1.0 bar 氫氣:0.45 bar 補助氣體(N ₂): 0.7 bar

8. 分析圖譜



	RTX 624 (內徑:0.53 mm, 長度 30m, 膜厚: 5 μ m)	DB-624 (內徑:0.53 mm, 長度 30 m, 膜厚: 3 μ m)
	注射口：280 °C 管柱：97 °C 偵測器：270 °C	注射口：280 °C 管柱：起始溫度 97 °C (維持 20 min)， 升溫速度(35°C /min)升溫至 240°C (維持 5 min) 偵測器：270 °C
檢量線	範圍:1-9 μ g/mL r=0.999	範圍:0-70 μ g/mL r=0.9998
回收率	90 \pm 10 %	96.16%
精密度	<10 %	3.69%

方法驗證原始數據

項目	內容	備註
檢量線	範圍：0-70 μ g/mL r=0.9998	
回收率	96.16%	6 μ g/mL(n=6):88.74 % 8 μ g/mL(n=6):89.49% 20 μ g/mL(n=6):101.9 % 50 μ g/mL(n=6):104.5 %
精密度	3.69%	6 μ g/mL(n=6):4.96 % 8 μ g/mL(n=6):4.59% 20 μ g/mL(n=6):2.05 % 50 μ g/mL(n=6):3.16 %

11. 參考文獻

- [1] 行政院勞工委員會勞工安全衛生研究所，1993；” 由勞工健康保護規則及國外有關制度探討我國生物偵測技術之建立”：27~49.

[2] 行政院勞工委員會勞工安全衛生研究所，1996；”二甲基甲醯胺(職業性)暴露生物偵測分析方法之探討與驗證”。

[3] Hygienists : ACGIH ,2005 TLV® and BEI® Based on the documentation of the Threshold Limit Values for Chemical Substances and Physical Agents & Biological Exposure Indices.

12. 方法撰寫人員

1.張吳名任，黃麗如，陳育瑾，楊惠如，長庚醫學暨工程學院。

2.汪禧年，周瑞淑，林君黛，陳正堯，勞動部勞動及職業安全衛生研究所。