

中华人民共和国卫生行业标准

尿中酚的分光光度测定方法

WS/T 48—1996

Urine—Determination of phenol— Spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了尿中酚的分光光度测定方法。

本法最低检测浓度为 2 mg/L。

本标准适用于正常人和接触苯及酚工人尿中酚浓度的测定。

2 原理

尿样在酸性下水解,游离的酚随水蒸气蒸出,在碱性溶液中,铁氰化钾的存在下,与 4-氨基安替比林反应,生成红色化合物,在波长 510 nm 处比色定量。

3 仪器

3.1 分光光度计,10 mm 比色杯。

3.2 全玻璃水蒸气蒸馏装置。

3.3 具塞比色管,25 mL。

3.4 烧杯,50 mL。

3.5 聚乙烯塑料瓶,100 mL。

3.6 尿比重计。

4 试剂

本标准所用试剂除另有说明者外,均为分析纯试剂。

4.1 实验用水:蒸馏水或具同等纯度的去离子水。

4.2 硫酸, $\rho_{20}=1.84$ g/mL。

4.3 冰乙酸。

4.4 氢氧化铵溶液,1+14,用前配制。

4.5 4-氨基安替比林溶液,3 g/L。

4.6 铁氰化钾 $[\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 溶液,10 g/L。

4.7 苯酚标准溶液:称取 0.500 0 g 新蒸馏的酚,加少量水溶解,转入 500 mL 容量瓶中,加水至刻度。此溶液 1 mL=1 mg 酚。临用时稀释成 30 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 之标准溶液。

4.8 质控样:用加标的模拟尿、接触者混合尿或加标的正常人混合尿作质控样。

5 采样、运输和保存

用聚乙烯塑料瓶(3.5)收集班末尿 150 mL 以上,测比重后每 100 mL 尿加入 1 mL 冰乙酸,放 4℃

冰箱中可保存两周。

6 分析步骤

6.1 取比重为 1.010~1.030 尿样 5 mL 置于蒸馏瓶中,加入 1.5 mL 硫酸,摇匀后进行水蒸气蒸馏,收集 50 mL 馏出液,取其中的 10 mL 于试管中。

6.2 标准曲线的绘制

6.2.1 取 6 只比色管(3.3),按下表配制标准管。

酚标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
标准溶液(4.7),mL	0	0.5	1.0	2.0	3.0	5.0
水,mL	10.0	9.5	9.0	8.0	7.0	5.0
酚含量,μg	0	15	30	60	90	150

6.2.2 向每管中各加入 1 mL 氢氧化铵溶液(4.4),1 mL 4-氨基安替比林溶液(4.5)及 1 mL 铁氰化钾溶液(4.6)。每加一种试剂后充分摇匀,再加另一种试剂。溶液混匀后于 510 nm 波长下比色。

6.2.3 以酚的含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

6.3 样品测定

取处理后的样品溶液(6.1)按 6.2.2 条操作,比色后由标准曲线上查出酚的含量。在测定前后以及每测定 10 个样品后,测定一次质控样。

7 计算

7.1 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)。

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

7.2 按式(2)计算尿中酚的浓度。

$$X = \frac{5m}{V} \cdot k \dots\dots\dots(2)$$

式中: x ——尿中酚的浓度,mg/L;

m ——由标准曲线查得的酚的含量,μg;

V ——取尿样的体积,mL。

8 说明

8.1 本法的检测限,取 5 mL 尿样时为 2 mg/L。精密度:CV=0.8%~1.1%(尿酚浓度 15~150 mg/L, $n=6$)。准确度:接触者尿样加标回收率 88.6%~98.5%(尿酚本底浓度 6.35~62.9 mg/L,加标浓度 7.0~60.6 mg/L, $n=6$)。

8.2 尿样要在接触结束时收集。因接触期间和接触后尿酚浓度变化很大,取样时间应严格控制,尿样不大可能污染,外源性酚的污染可用测定游离酚的办法(不水解直接测定)来检查。

8.3 4-氨基安替比林与间甲酚和邻甲酚有与苯酚类似的显色反应,但此二者在尿中一般不存在。对甲酚虽生理性排泄量较大,但其对显色基本无干扰。

8.4 尿样的预处理如果用直接蒸馏法测尿酚,回收率较低(70%左右)。本法与美国 NIOSH 方法相比,NIOSH 方法灵敏度高于本法,但线性范围较窄。本法线性范围可覆盖 3 倍生物接触限值。

8.5 质控样用加标的模拟尿时可考察准确度和精密度。用接触者尿和正常尿时可考察精密度。但人尿不易久存。模拟尿只含人尿中主要成分。

附加说明：

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由上海市劳动卫生职业病防治研究所负责起草。

本标准主要起草人于肇德。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。

