

# WS

## 中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 49—1996

---

### 尿中苯酚的气相色谱测定方法 (一) 液晶柱法

Urine—Determination of phenol—Gas  
chromatographic method—I Liquid crystal column

1996-10-14 发布

1997-05-01 实施

---



中华人民共和国卫生部 发布

# 中华人民共和国卫生行业标准

## 尿中苯酚的气相色谱测定方法 (一) 液晶柱法

WS/T 49—1996

Urine—Determination of phenol—Gas  
chromatographic method—I Liquid crystal column

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了尿中酚的气相色谱测定方法(一)液晶柱法。

本法最低检测浓度为 0.1 mg/L。

本标准适用于正常人和接触苯及接触苯酚和甲酚工人尿中对、邻、间甲酚的测定。

### 2 原理

尿样经加热酸解,乙醚萃取出苯酚,经液晶 PBOB 柱将苯酚及邻、间、对位甲酚分离后,用氢焰离子化检测器检测,以保留时间定性,内标法峰高比定量。

### 3 仪器

- 3.1 气相色谱仪、氢焰离子化检测器。
- 3.2 电热恒温水浴。
- 3.3 冰壶。
- 3.4 容量瓶,50 mL。
- 3.5 具塞离心管,或具塞试管,10 mL。
- 3.6 聚乙烯塑料瓶,150 mL。
- 3.7 微量注射器,10  $\mu$ L。
- 3.8 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级。

- 4.1 实验用水:重蒸馏水或具同等纯度的去离子水。
- 4.2 盐酸, $\rho_{20}=1.19$  g/mL。
- 4.3 无水乙醚。
- 4.4 二氯甲烷(用作固定液溶剂)。
- 4.5 固定液:液晶-双-(对-辛氧基苯甲酸)对苯二酚酯(PBOB)。
- 4.6 担体:Chromosorb W-AW-DMCS,80~100 目。
- 4.7 苯酚标准溶液:称取 0.025 0 g 苯酚,溶于少量蒸馏水中,将此溶液转移至 50 mL 容量瓶中,加水至刻度,此溶液 1 mL=500  $\mu$ g 苯酚,为标准贮备液。取贮备液用水稀释成 1 mL=100  $\mu$ g 苯酚为标准应用液。

4.8 内标(硝基苯)溶液:称取 0.025 0 g 硝基苯,溶于蒸馏水中,转移至 50 mL 容量瓶中,加水至刻度,此溶液 1 mL=500  $\mu$ g 硝基苯。

4.9 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

用聚乙烯塑料瓶收集约 50 mL 班末尿,尽快测定比重,于室温下运输,夏季运输时最好冷藏,置 4℃ 冰箱中存放可保存两周。

## 6 分析步骤

### 6.1 仪器操作条件

色谱柱:柱长 2 m,内径 3 mm,不锈钢或玻璃柱。

担体:固定液:磷酸:载体=15:0.5:100。150℃通氮气老化 8 h。

柱温:每次实验开始,在 140℃恒温 1 h,降至 112℃稳定后工作。

汽化室温度:180℃。

检测室温度:160℃。

载气:氮气,20 mL/min。

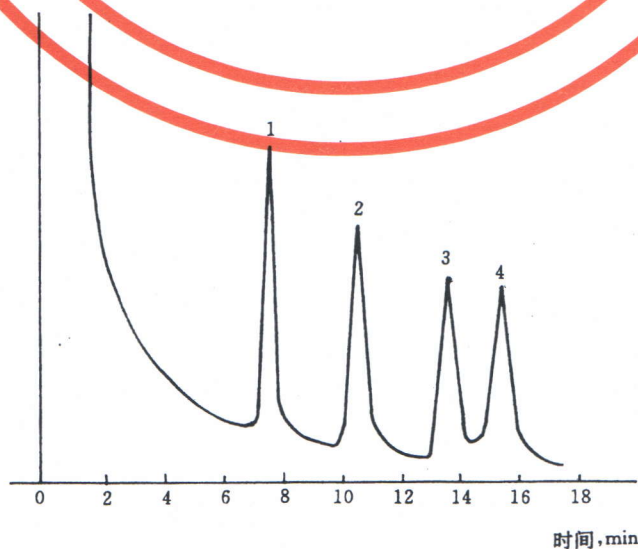
### 6.2 样品处理

取 5 mL 尿样(5)于具塞试管中,加入 1 mL 盐酸,摇匀,加塞。于 90℃水浴恒温 1 h 后,取出冷至室温,加 0.2 mL 内标溶液(4.8),加水稀释至 10 mL,放冰水浴冷至 0℃(约 5 min)。各加 3 mL 乙醚,加塞振摇 1 min。静置分层,必要时离心。

### 6.3 标准曲线的绘制

6.3.1 取 7 只 10 mL 具塞试管,分别加入 0,0.25,0.50,1.0,2.0,4.0,6.0 mL 苯酚标准应用液(4.7),各加水(4.1)至 6 mL,然后分别加入 0.2 mL 内标溶液(4.8),1.0 mL 盐酸(4.2),并加水至 10 mL 刻度,摇匀。此时标准管系列中苯酚浓度分别为 0,2.5,5.0,10.0,20.0,40.0,60.0 mg/L。

6.3.2 上列标准管各加 3.0 mL 无水乙醚,加塞振摇 1 min 后,静止分层,取 5  $\mu$ L 乙醚萃取液进样测定。以苯酚浓度(mg/L)为横坐标,苯酚峰高与内标峰高比为纵坐标,绘制标准曲线。



酚的混合标样色谱图

1—苯酚;2—邻甲酚;3—间甲酚;4—对甲酚

## 6.4 样品测定

取经处理的样品乙醚液(6.2)5 μL,进气相色谱仪测试。见上图。根据测得的苯酚峰高与内标峰高比值查标准曲线,再根据公式进行计算。

## 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( $k$ )。

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

7.2 按式(2)计算尿中苯酚的浓度。

$$X = \frac{c \times 10}{V} \cdot k \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $X$ ——尿中酚的浓度,mg/L;

$c$ ——由标准曲线查得的苯酚浓度,mg/L;

$V$ ——尿样体积,mL;

10——尿样处理时加水至 10 mL 体积。

## 8 说明

8.1 本标准尿液中最低检测浓度为 0.1 mg/L(检测限 1.25 ng),标准曲线线性范围 0~60 mg/L(苯酚量 0~1 000 mg);精密度  $CV=1.0\% \sim 3.1\%$ (酚浓度为 5~40 mg/L,  $n=6$ );加标回收率为 77.5%~81.0%(尿样本底浓度为 6.9~34.0mg/L,加标量 10~40 mg/L,  $n=6$ )。

8.2 对正常人,一般都取晨尿分析。对接触者因开始接触苯后尿酚浓度迅速上升,脱离接触后又很快下降,故取班末尿为宜。采集尿样时应注意防止污染。采样后测量比重,尽快运回实验室,如暂不进行分析需存放在 4℃冰箱中。

8.3 本法采用酸解法处理样品,同美国 NIOSH 采用的方法一致。德国用水蒸气蒸馏法处理样品。二法相比,测得结果相同,但酸解法更为简便实用。

8.4 乙醚与异丙醚都可作萃取剂。异丙醚不与水互溶,沸点高,色谱峰窄,但价格较贵。故推荐乙醚为萃取剂,但乙醚在水中有一定溶解度,且易挥发,萃取前后的样品及接触乙醚的器皿要放在冰瓶中,并尽快进行分析。

8.5 本法苯酚贮备液和标准应用液均配制在水溶液中,可于 4℃冰箱中保存备用。标准管与尿样采用相同萃取步骤和操作,可补偿因乙醚在水中有一定溶解度所引起的测定误差。

8.6 亦可采用外标法定量,对标准系列和样品管中都不用加内标液,直接以峰高定量。但在萃取和进样时须仔细操作。

8.7 液晶柱可分离苯酚及邻、间、对位甲酚,不仅适用于接触苯者的生物监测,且适用于接触甲苯者的生物监测。

8.8 质控样用加标的模拟尿时可考察准确度和精确度。用接触者尿或加标的正常尿时可考察精密度。但人尿不易久存。模拟尿只含人尿中大量成分。

### 附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由上海医科大学公共卫生学院负责起草。

本标准主要起草人陆培坤、张如午。

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。