

# WS

## 中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 50—1996

---

### 尿中苯酚的气相色谱测定方法 (二) FFAP 柱法

Urine—Determination of phenol—Gas  
chromatographic method—  
I FFAP 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

### (二) FFAP 柱法

WS/T 50—1996

Urine—Determination of phenol—Gas  
chromatographic method—  
I FFAP 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 (二)FFAP 柱法。

本法最低检测浓度为 1.5 mg/L。

本标准适用于正常人和接触苯工人尿中苯酚的测定。

#### 2 原理

尿样加盐酸加热,使结合态的酚水解,乙醚萃取,经 FFAP 柱将尿中苯酚及人体正常代谢物对甲酚分离。用氢焰离子化检测器检测。以保留时间定性,外标法峰高定量。

#### 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,10 mL,50 mL。

3.5 具塞离心管,10 mL。

3.6 聚乙烯塑料瓶,150 mL。

3.7 尿比重计。

#### 4 试剂

本法所用试剂除另有说明者外,均为分析纯试剂。

4.1 实验用水:为经全玻璃蒸馏器蒸馏的水。

4.2 盐酸, $\rho_{20}=1.19$  g/mL。

4.3 无水乙醚,用前重蒸。

4.4 固定相:FFAP(改性的聚乙二醇)。

4.5 载体:Chromosorb W HP,80~100 目。

4.6 苯酚。

4.7 苯酚标准溶液:称取苯酚 0.0125 g 溶于少量无水乙醚中,将此溶液定量转移至 50 mL 容量瓶中,用无水乙醚稀释至刻度。此标准溶液 1 mL=0.25 mg 苯酚。

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

用聚乙烯塑料瓶收集班末尿约 50 mL, 尽快测定比重, 于室温下运输, 但夏季运输需要冷藏, 于  $-8^{\circ}\text{C}$  下可保存一周。

## 6 分析步骤

### 6.1 仪器操作条件

色谱柱: 柱长 2.5 m, 内径 3 mm, 玻璃柱。

固定液: 载体=10:100。

柱温:  $165^{\circ}\text{C}$ 。

汽化室温度:  $180^{\circ}\text{C}$ 。

检测室温度:  $180^{\circ}\text{C}$ 。

载气: 氮气, 45 mL/min。

### 6.2 空白试验

用模拟尿按 6.3 条处理、6.5 条测定。

### 6.3 样品处理

取 5 mL 尿样于具塞试管中, 加入 1 mL 盐酸, 于  $90^{\circ}\text{C}$  水浴中加热水解 1 h。取出放冷, 加水稀释至 10 mL。置冰浴中冷至  $0^{\circ}\text{C}$ , 加入 3 mL 乙醚, 振摇 1 min 萃取, 静置分层, 将乙醚层补足至体积为 3 mL, 必要时离心。

### 6.4 标准曲线的绘制

取 3 只 10 mL 容量瓶, 按下表配制标准管。

苯酚标准管的配制

管号	1	2	3
苯酚标准溶液(4.7), mL	0.6	1.2	2.0
乙醚, mL	9.4	8.8	8.0
苯酚含量, $\mu\text{g}$	15	30	50

取  $2\mu\text{L}$  上述标准管中溶液, 进气相色谱仪测试。以苯酚的含量( $\text{ng}$ )为横坐标, 峰高( $\text{mm}$ )为纵坐标, 绘制标准曲线。

### 6.5 样品测定

取  $2\mu\text{L}$  经处理的样品乙醚液(6.3), 进气相色谱仪测试, 见图 1。根据测得的苯酚峰高值查标准曲线(6.4), 再根据公式(1)、(2)进行计算, 得标准比重下的尿酚浓度。

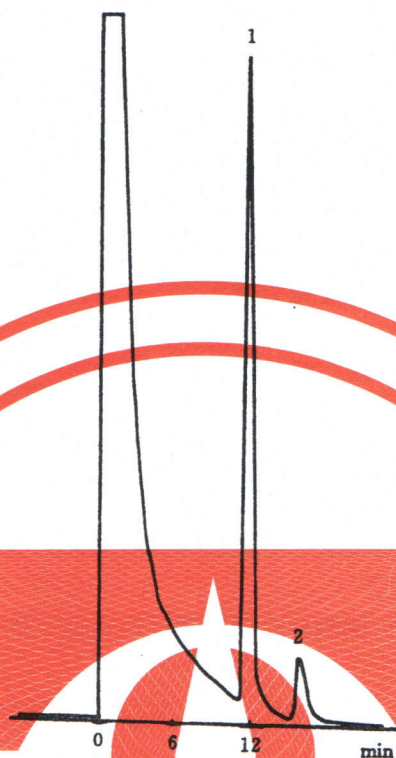


图1 接触者尿酚气相色谱图  
1—苯酚;253.4 mg/L;2—对甲酚

## 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。

$$X = \frac{c}{a} \cdot \frac{b}{V} \cdot k \dots\dots\dots(2)$$

- 式中:  $X$ ——尿中酚的浓度,mg/L;  
 $c$ ——由标准曲线查得的苯酚含量,ng;  
 $a$ ——进样量, $\mu\text{L}$ ;  
 $b$ ——乙醚提取液体积,mL;  
 $V$ ——尿样体积,mL。

## 8 说明

8.1 本法最低检测浓度为1.5 mg/L(取尿样5 mL);标准曲线线性范围0~50 mg/L;精密度  $CV=3.3\% \sim 5.4\%$ (酚浓度为15~50  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,  $n=6$ ),加标回收率为82.8%~87.0%(尿样本底浓度25.2~116.4  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,加标量34.5~69 mg/L,  $n=2$ )。

8.2 一般对正常人取晨尿分析,对接触者取班末尿分析。采样时应注意防止污染。采样后须将塑料瓶盖旋紧,并尽快运输,以避免苯酚的挥发及氧化。

8.3 影响测定的因素

8.3.1 样品酸解后加入乙醚提取,乙醚在水中有一定的溶解度,并可能有挥发损失,所以提取后须将乙醚层定容。实验过程中,为尽量避免乙醚的挥发损失,应特别注意冷操作,凡接触乙醚的实验器具应预先在冰箱或冰壶中存放。

8.3.2 本法采用峰高、外标法定量,气相色谱操作条件对测定的影响较大。柱温、载气流速均影响峰高,操作时应注意保持恒定。由于使用外标法定量,进样量的准确性亦是保证本法准确度的一个重要因素。

8.4 对甲酚为人尿中的正常成分,可与被检物苯酚共存。采用 FFAP 柱在本法设定的条件下可将苯酚与对甲酚分离,分离度 1.25。

8.5 质控样用加标的模拟尿时,可考察准确度和精确度,用加标的正常人尿或接触者尿时只能考察精密度。人尿不易保存。模拟尿只含人尿的大量成分。

---

**附加说明:**

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责起草。

本标准主要起草人线引林、李晓立。

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。