

中华人民共和国卫生行业标准

尿中五氯酚的分光光度测定方法

WS/T 60—1996

Urine—Determination of pentachlorophenol
—Spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了尿中五氯酚的分光光度测定方法。本法最低检测浓度为 0.1 mg/L。

本标准适用于接触五氯酚的工人尿中五氯酚的测定。

2 原理

尿中五氯酚在弱酸性条件下随水蒸气蒸馏出来,吸收在氢氧化钠溶液中。生成的五氯酚钠在铁氰化钾(氧化剂)存在下,与 4-氨基安替比林作用产生蓝色络合物,用二甲苯萃取,比色定量。

3 仪器

3.1 分光光度计,10 mm 比色杯。

3.2 全玻璃磨口蒸馏器,500 mL,带垂直冷凝器。

3.3 锥形瓶,100 mL。

3.4 具塞比色管,50 mL。

3.5 吸量管,1 mL,2 mL,5 mL。

3.6 尿比重计。

3.7 聚乙烯塑料瓶。

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:为蒸馏水或具有同等纯度的去离子水。

4.2 氢氧化钠溶液,1 mol/L。

4.3 氢氧化钠溶液,0.1 mol/L。

4.4 柠檬酸溶液,200 g/L。

4.5 柠檬酸缓冲液(pH=6):称取 21.0 g 柠檬酸,用 200 mL 1mol/L 氢氧化钠溶解后,稀释至 1 000 mL。取 59.5 mL 加入 40.5 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠,混匀。

4.6 4-氨基安替比林溶液,0.04 g/L。在冰箱(4℃)中可保存一周。

4.7 铁氰化钾溶液,100 g/L。在冰箱(4℃)中可保存一周。

4.8 二甲苯。

4.9 标准溶液的配制:准确称取五氯酚 100 mg 或五氯酚钠 108.7 mg,加 10 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠(五氯酚钠时加 6.2 mL),使其溶解后,用水稀释至 100 mL,此溶液 1 mL 相当于 1 000 μg 五氯酚。再将此溶液用水稀释成 1 mL 相当于 100 μg 五氯酚的标准应用液。

4.10 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。

WS/T 60—1996

5 采样、运输和保存

取工作周末的下班前的尿,测比重后,按 100 mL 尿加入 2~3 滴浓盐酸,置于聚乙烯塑料瓶中,在冰箱(4℃)中可保存两周。

6 分析步骤

6.1 样品处理

取尿样 100 mL 放入有数粒玻璃珠的蒸馏瓶中,加 5 mL 柠檬酸溶液(4.4)及 75 mL 水。用锥形瓶(3.3)作接收器,在锥形瓶中加入约 3 mL 水及 0.7 mL 氢氧化钠溶液(4.2)。将冷凝管出口浸入接收器的溶液中,加热蒸馏。至馏出液约到达 100 mL 时,停止蒸馏,将蒸馏液加水至 100 mL。取出 20 mL 蒸馏液于比色管(3.4)中。

6.2 标准曲线的绘制

6.2.1 取 6 支比色管(3.4),按下表配制标准管。

五氯酚标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
标准应用液(4.9),mL	0	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8
水,mL	20	19.9	19.8	19.6	19.4	19.2
五氯酚含量,μg	0	10	20	40	60	80

6.2.2 向各管中加入 1 mL 缓冲液(4.5),1 mL 4-氨基安替比林溶液(4.6),混匀,再向各管中加入 1 mL 铁氢化钾溶液(4.7),立即混匀,在 2 min 内向各管加入 5 mL 二甲苯(4.8),用力振摇 100 次,待分层后取出有机相,以零管作空白,在 2 h 之内用 10 mm 比色杯于波长 600 nm 下比色测定。

6.2.3 以五氯酚含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

6.3 样品测定

将 6.1 条所得蒸馏液按 6.2.2 条操作,由标准曲线查得样品中五氯酚的含量。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)下的浓度的校正系数。

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

7.2 按式(2)计算尿中五氯酚的浓度。

$$X = \frac{m}{20} \cdot k \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: X——尿中五氯酚的浓度,mg/L。

m——由标准曲线查得的五氯酚含量,μg。

8 说明

8.1 本法检测限 0.1 mg/L。线性范围 0~80 μg。精密度:CV=1.1%~2.0%(五氯酚含量 10~80 μg, n=6)。尿样加标平均回收率 85%(五氯酚浓度 0.23~1.5 mg/L, n=6)。

8.2 尿样的采集应在工作周的后半期。尿样采于聚乙烯塑料瓶中,按 100 mL 加入 2~3 滴盐酸。在冰箱(4℃)中可保存两周。

8.3 酚及三氯酚的干扰可忽略。

WS/T 60—1996

8.4 测定时室温高于 30℃时,反应生成的络合物蓝色减弱,因此应在分析样品的同时作标准曲线;测定过程中,加入铁氰化钾后,必须立即加二甲苯萃取,否则对颜色深度有影响。二甲苯分层后的比色时间也应一致,最长不得超过 2 h。

8.5 质控样用加标的模拟尿或加标的正常人尿时,可以考察准确度及精密度。用接触者尿时可以考察精密度。但人尿不易久存。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。

本标准主要起草人乔静容。

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。