

尿中苯酚的4-氨基安替比林分光光度法

WS / T 48-1996

1 原理 尿样在酸性下水解，游离的酚随水蒸气蒸出，在碱性下，于氧化剂铁氰化钾存在下，与4-氨基安替比林反应，生成红色化合物，比色定量。

2 仪器

2.1 具盖聚乙烯塑料瓶，500ml。

2.2 尿比重计。

2.3 全玻璃水蒸气蒸馏装置。

2.4 具塞比色管，10ml。

2.5 分光光度计。

3 试剂 实验用水为蒸馏水。

3.1 冰乙酸。

3.2 硫酸。

3.3 氢氧化铵溶液，1+14，用前配制。

3.4 铁氰化钾溶液，10g/L。

3.5 4-氨基安替比林溶液，3g / L。

3.6 苯酚标准溶液：称取0.5000g新蒸馏的酚，溶于少量水中，定量转移入500ml容量瓶中，加水至刻度。此溶液为1.0mg / ml酚标准贮备液。临用前，用水稀释成30 μg / ml标准溶液。

4 样品的采集，运输和保存 用具盖聚乙烯塑料瓶收集班末尿，每100ml加入1ml冰乙酸，置于4℃冰箱中可保存两周。

5 分析步骤

5.1 样品处理：取5ml尿样置于蒸馏瓶中，加入1.5ml硫酸，摇匀后，进行水蒸气蒸馏，收集50ml馏出液，取10.0ml于具塞比色管中。供测定。

5.2 标准曲线的绘制：取6只具塞比色管，分别加入0.0、0.50、1.0、2.0、3.0、5.0ml标准溶液，各加水至10.0ml，配制成0、15、30、60、90、150 μg苯酚标准系列。向每管中各加入1ml氢氧化铵溶液、1ml 4-氨基安替比林溶液及1ml铁氰化钾溶液。每加一种试剂后充分摇匀，再加另一种试剂。溶液摇匀后，于510nm波长下测量吸光度。以酚的含量(μg)对相应的吸光度绘制标准曲线。

5.3 样品测定：用测定标准系列的操作条件测定样品溶液，由标准曲线得酚的含量(μg)。

6 计算 按式(1)计算尿中酚的浓度：

$$C = \frac{m}{V} \times k \quad (1)$$

式中：C——尿中酚的浓度，mg / L；m——由标准曲线得酚的含量，μg；V——取尿样的体积，ml；k——尿样换算成标准比重下的浓度校正系数。

7 说明

7.1 本法的最低检测浓度为2ml / L(按取5ml尿样计)。相对标准偏差为0.8%~1.0%(尿酚浓度为15~150mg / L，n=6)。接触者尿样加标回收率为88.6%~98.6%(尿酚本底浓度为6.35~62.9mg / L，加标浓度为7.0~60.6mg / L，n=6)。

7.2 尿样要在接触结束后收集。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。

7.3 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。

7.4 尿样的预处理如果用直接蒸馏法则尿酚回收率较低(70%左右)。

7.5 本法由上海市劳动卫生职业病防治研究所于肇德等同志研制。