

## 尿中的苯甲酰甲酸及扁桃酸的分析

根据《劳动安全卫生法》第66条第1款，企业必须对劳动者进行身体检查。其中，根据《特定化学物质危险预防规则》<sup>2)</sup>，接触特定有机溶剂的作业者必须接受特定化学物质健康检查。

2020年7月1日起，考虑到致癌风险，除以往的扁桃酸之外，还将苯甲酰甲酸（作为特定有机溶剂之一苯乙烯尿中的代谢产物）添加至测定项目中<sup>3)</sup>。

下面向您介绍了使用 Prominence™-i 和 Shim-pack™ GIST C18-AQ 色谱柱，同时分析尿中的苯甲酰甲酸、扁桃酸以及曾用于校正尿浓度的肌酸酐的示例。

M. Oshiro

### 关于苯甲酰甲酸

图1所示为苯甲酰甲酸、扁桃酸、肌酸酐的紫外光谱图，图2所示为苯甲酰甲酸的结构式。从图1可以看出，苯甲酰甲酸的最大波长为252 nm。因此，在252 nm下测定了苯甲酰甲酸，在210 nm下测定了扁桃酸、肌酸酐。

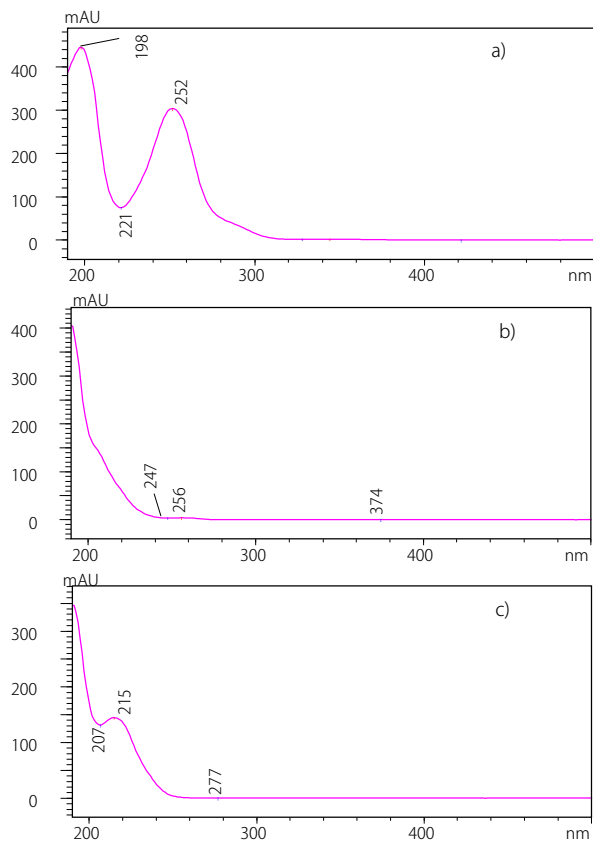


图1 各组分的紫外光谱图

a): 苯甲酰甲酸、b): 扁桃酸、c): 肌酸酐)

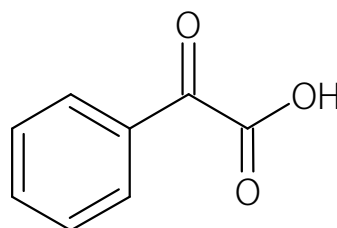


图2 苯甲酰甲酸

### 标准样品的分析

图3所示为每种浓度为0.3 g/L的苯甲酰甲酸、扁桃酸、肌酸酐的混合标准试样的分析结果。分析条件如表1所示。

表1 分析条件

色谱柱	: Shim-pack GIST C18-AQ *1 (250 mm × 3.0 mm I.D., 3 μm)
流动相	: A) 10mmol/L (钠) 磷酸盐缓冲液 (pH 2.6) B) 乙腈 A: B=90: 10 包含 0.5 mmol/L 1- 壬烷磺酸钠
流速	: 0.5 mL/min
柱温	: 40 °C
进样量	: 1.0 μL
样品瓶	: 岛津 LC 用 LabTotal 样品瓶, *2 级
检测	: 210 nm, 252 nm (PDA)

\* 1: P/N 227-30722-08、\* 2: P/N 227-34001-01

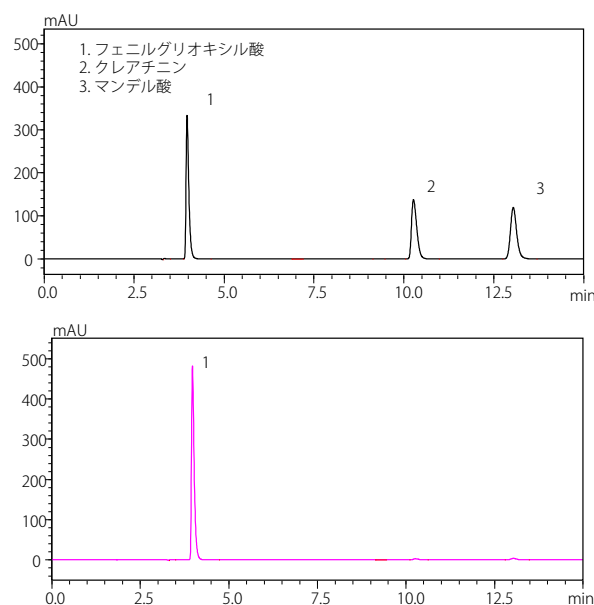


图3 0.3 g/L 各组分混合标准试样的色谱图

(上段: 测定波长 210 nm、下段: 测定波长 252 nm)

## 线性及重现性

绘制标准曲线,使各组分的浓度范围为 0.003 ~ 0.3 g/L。各组分均呈现出良好的结果,贡献率 ( $R^2$ ) 在 0.999 或以上。表 2 所示为标准曲线下限浓度经 6 次分析时的保留时间、面积的相对标准偏差 (%RSD)、S/N。

表 2 重现性 (各组分 0.003 g/L, n=6)

成分	测量波长 (nm)	保留时间的 %RSD	面积值的 %RSD	S/N
苯甲酰甲酸	252	0.07	0.28	297
扁桃酸	210	0.04	1.78	73
肌酸酐	210	0.03	0.49	59

## 实际试样的分析

图 4 所示为分析市售对照尿 (用水稀释 10 倍) 及添加了标准试样的市售对照尿 (用水稀释 10 倍, 稀释后的标准试样浓度各 0.03 g/L) 的分析结果。所有试样均使用过滤器过滤后进行分析。根据 UV 光谱测定, 优化测定波长, 以此选择性地测定苯甲酰甲酸。各组分的加标回收率方面, 苯甲酰甲酸及扁桃酸为 100%, 肌酸酐为 106%, 表现良好。

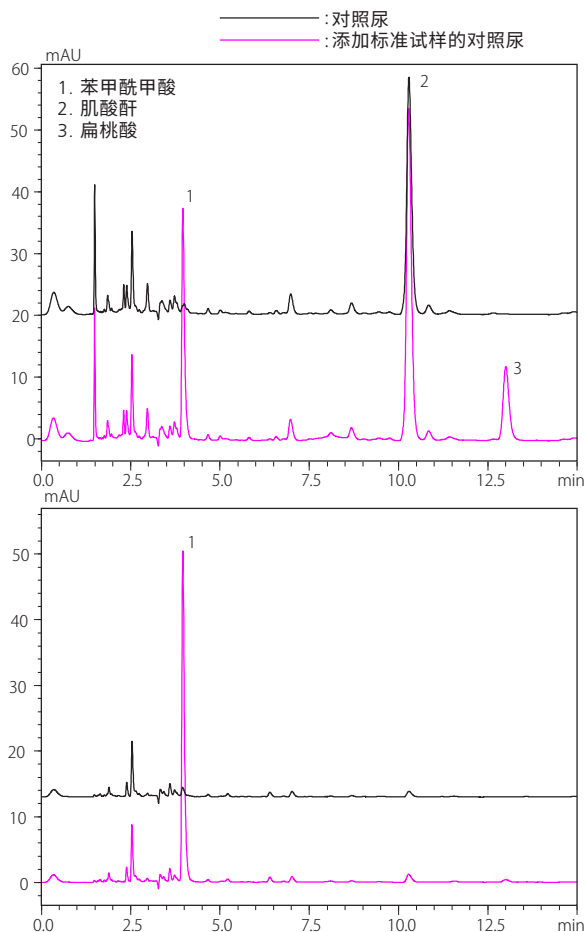


图 4 实际试样的色谱图

(上段: 测定波长 210 nm、下段: 测定波长 252 nm)

## 关于流动相的制备

本文中,为保持碱性物质肌酸酐,在流动相中添加了离子对试剂壬烷磺酸钠。图 5 所示为在仅变化流动相中离子对试剂浓度的条件下,分析添加了标准试样的市售对照尿 (用水稀释 10 倍, 稀释后的标准试样浓度各 0.03 g/L) 的结果。其他条件与表 1 相同。

结果表明肌酸酐的保留会因流动相中离子对试剂的浓度产生较大变化。由此可以看出,尽可能正确地称量离子对试剂是很重要的。

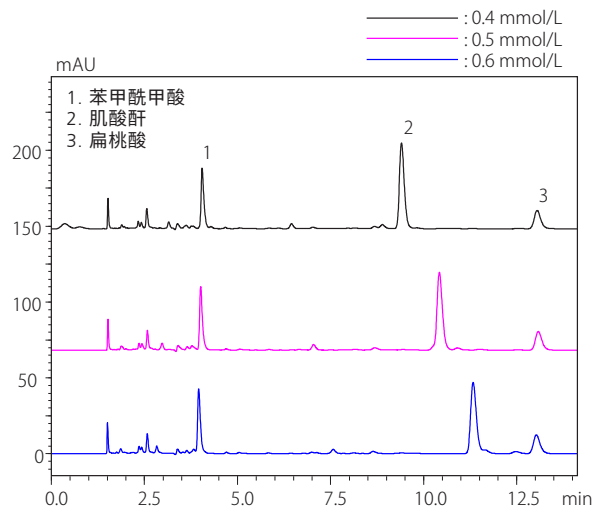


图 5 不同离子对试剂浓度下的标准试样色谱图

(测量波长 210 nm)

## 结论

使用 Prominence-i 和 Shim-pack GIST C18-AQ 色谱柱,分析了尿中的苯甲酰甲酸、扁桃酸、肌酸酐。通过优化测定波长和离子对试剂浓度,可以抑制实际试样中污染的影响,测定各组分。

### <参考文献>

- 1) 劳动安全卫生法、法律第 57 号、厚生劳动省
- 2) 特定化学物质残疾预防规则、劳动省省令第 39 号、厚生劳动省
- 3) 修订部分劳动安全卫生规则等的省令、2020 年厚生劳动省省令第 20 号、厚生劳动省

岛津应用云



Prominence 及 Shim-pack 是岛津制作所株式会社在日本和其他国家的商标。



岛津企业管理 (中国) 有限公司  
岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439  
400-650-0439

免责声明:

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;  
\* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。  
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2020 年 8 月