

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 107—1999

尿碘的砷铈催化分光光度测定方法

Method for determination of iodine in urine
by As(Ⅲ)-Ce⁴⁺ catalytic spectrophotometry

1999-01-21 发布

1999-07-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

尿碘水平是评价人群碘营养状况的重要指标,本标准规定了尿碘的测定方法。

本标准规定的尿碘测定方法,是在回顾了我国多年来建立的各种尿碘测定方法的基础上,借鉴国际推荐的同类方法中控温酸消化尿样的技术,结合我国的国情,制定的适于一般实验室操作的方法。本标准方法规定的操作步骤及技术指标均经过实验室和现场验证。

本标准由卫生部全国地方病防治办公室提出。

本标准由天津医科大学内分泌研究所负责起草;由湖北省卫生防疫站、福建省龙岩地区卫生防疫站、安徽省卫生防疫站、陕西省地方病防治研究所参加起草。

本标准主要起草人:阎玉芹、刘列钧、张亚平、赵文德、李卫东、华基礼。

本标准由卫生部委托中国地方病防治研究中心负责解释。

中华人民共和国卫生行业标准

尿碘的砷铈催化分光光度测定方法

WS/T 107—1999

Method for determination of iodine in urine
by As(Ⅲ)-Ce⁴⁺ catalytic spectrophotometry

1 范围

本标准规定了尿碘的测定方法。

本标准适用于尿中碘含量的测定。

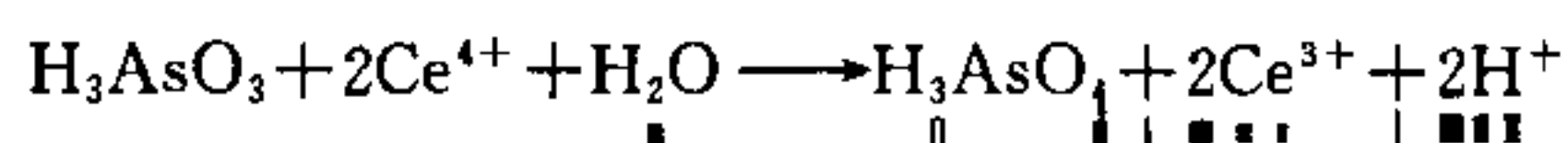
2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

尿样经氯酸在 110~115℃ 条件下消化后,在酸性环境中,利用碘对砷铈氧化还原反应的催化作用:



反应中黄色的 Ce⁴⁺ 被还原成无色的 Ce³⁺,碘含量越高,反应速度越快,所剩余的 Ce⁴⁺ 越少,控制反应温度和时间,于 405 nm 波长下测定体系中剩余 Ce⁴⁺ 的吸光度,求出碘含量。

4 仪器

- 4.1 消化控温加热装置:控温消解仪或控温油浴箱,孔间温差≤1℃。
- 4.2 恒温水浴箱:30℃±0.2℃。
- 4.3 沙芯漏斗(G-3 或 G-4、G-5)或布氏漏斗。
- 4.4 硬质消化管:15 mm×150 mm,或使用随控温消解仪配套试管。
- 4.5 秒表。
- 4.6 分光光度计:1 cm 比色环。
- 4.7 尿比重计。

5 试剂

实验用水应符合 GB/T 6682 二级水规格(电导率≤1.0 μs/cm)。

本标准使用的试剂纯度除特别指明外均为分析纯。

5.1 氯酸溶液:称取 500 g 氯酸钾(KClO₃)于 2 L 烧杯中,加入 910 mL 水,加热至溶解后缓慢加入(约 15 mL/min)375 mL 优级纯高氯酸(HClO₄,70%~72%),边加边搅拌,此过程在通风橱内操作。冷至室温后封盖烧杯口置于冰箱(4℃)过夜,然后用沙芯漏斗或布氏漏斗抽滤去除沉淀物,可得到约 850 mL 氯酸溶液。贮于具塞棕色瓶中置冰箱(4℃)内可保存 2 个月。

5.2 硫酸溶液[c(H₂SO₄)=2.5 mol/L]:取 140 mL 浓硫酸[优级纯,ρ₂₀=1.84 g/mL]缓慢加入到

700 mL水中,冷却后用水稀释至1 L。

5.3 亚砷酸溶液[$c(\text{H}_3\text{AsO}_3)=0.07\text{ mol/L}$]:称取7.0 g 三氧化二砷(As_2O_3)、25.0 g 氯化钠(优级纯)和2.0 g 氢氧化钠于1 L 烧杯中,加约500 mL 水,加热至完全溶解后冷至室温,再缓慢加入230 mL 硫酸溶液(5.2),冷却至室温后用水稀释至1 L,贮于棕色瓶中室温放置可保存数月。

5.4 硫酸铈溶液或硫酸铈铵溶液[$c(\text{Ce}^{4+})=0.05\text{ mol/L}$]:称取20.3 g 硫酸铈($\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)或31.6 g 硫酸铈铵($\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于400 mL 硫酸溶液(5.2)中,用水稀释至1 L,贮于棕色瓶中避光室温放置可保存数月。

5.5 碘标准溶液。

5.5.1 贮备液:准确称取经105~110℃烘干至恒重的碘酸钾(基准试剂)0.168 6 g 于烧杯中,用水溶解后定量移入1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液1 mL 含碘100 μg。置冰箱(4℃)内可保存半年以上。

5.5.2 中间溶液:吸取10.00 mL 贮备液(5.5.1)于100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,此溶液1 mL 含碘10 μg。置冰箱(4℃)内可保存数月。

5.5.3 碘标准应用系列溶液:准确吸取中间溶液(5.5.2)0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, 3.00 mL 分别置于100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。其碘浓度分别为0, 50, 100, 150, 200, 250, 300 μg/L 的标准系列溶液。此液在临用前配制。

6 样品

收集随意一次尿样,置于具塞塑料或玻璃管中(不少于5 mL 尿),于冰箱(4℃)内可保存1个月;若按尿样体积1%(V/V)加入浓盐酸($\rho_{20}=1.19\text{ g/mL}$),于冰箱(4℃)内可保存2个月。

先测量尿样密度,密度小于1.010 或大于1.030 的尿样弃去不用,尿样的标准密度为1.020。

7 分析步骤

7.1 样品处理

摇匀尿样,使所有沉淀物混悬。取0.2 mL 混匀尿样于消化管中(如尿样的碘浓度超出标准曲线范围则作适当稀释后取样),加入0.5 mL 氯酸溶液(5.1),混匀后置于控温110℃~115℃的消化控温加热装置中,消化1 h(在通风橱内进行),取下冷却至室温。

7.2 标准曲线的绘制

7.2.1 取碘标准应用系列溶液(5.5.3)各0.2 mL 于消化管中,按7.1步骤与样品同批消化1 h。

7.2.2 各管加入4 mL 亚砷酸溶液(5.3),充分混匀后将标准管按碘浓度由高至低排列,置30℃±0.2℃超级恒温水浴中温浴15 min,硫酸铈溶液(5.4)同时温浴。

7.2.3 按下秒表计时,依顺序每管间隔30 s 向各消化管中准确加入0.50 mL 硫酸铈(或硫酸铈铵)溶液(5.4),立即混匀放回水浴中。

7.2.4 待第一管加入硫酸铈溶液准确反应15 min 时,依顺序每管间隔30 s 于405 nm 波长下,用1 cm 比色杯,以水作参比,测定各管的吸光度。以碘标准应用系列溶液(5.5.3)的碘浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制标准曲线,或以吸光度为对数坐标在半对数坐标系中绘制标准曲线。

7.3 样品测定

消化后的样品管按标准曲线的绘制步骤(7.2.2~7.2.4)进行操作,测定各管吸光度。以吸光度在标准曲线上查出碘浓度。

8 计算

按式(1)计算尿样换算成标准密度(1.020 g/mL)下的浓度校正系数。

$$k_1 = \frac{1.020 - 1.000}{\text{实测密度} - 1.000} \dots\dots\dots(1)$$

式中： k_1 ——标准密度下的浓度校正系数。

按式(2)计算尿中碘浓度。

$$x = c \cdot k_1 \cdot k_2 \dots\dots\dots(2)$$

式中： x ——尿中碘浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

c ——由标准曲线查得的碘浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

k_1 ——标准密度下的浓度校正系数；

k_2 ——尿样稀释倍数。

9 说明

9.1 本方法的最低检测浓度为 $5 \mu\text{g/L}$ (取尿样 0.2 mL)，最低检出量为 1 ng 碘；线性范围为 $0 \sim 300 \mu\text{g/L}$ ；当尿碘含量为 $57.5, 138.7, 224.4 \mu\text{g/L}$ 时，变异系数(CV)分别为 $4.9\%, 2.6\%, 3.6\%$ ($n=6$)；当尿样本底值为 $28.3, 58.7, 136.7 \mu\text{g/L}$ ，加标量为 $25.0, 50.0, 100.0 \mu\text{g/L}$ 时，回收率分别为 $96.4\%, 96.5\%, 98.0\%$ ($n=6$)；测定尿碘标定浓度分别为 $119 \mu\text{g/L}$ 和 $197 \mu\text{g/L}$ 的冻干人尿碘标准样，其相对偏差分别为 1.1% 和 0.4% ($n=6$)。

9.2 控温油浴箱制作：将电热控温水浴箱改盛精制食用油或石蜡油等沸点高于 150°C 的无毒害液体后，可控温 $110^\circ\text{C} \sim 115^\circ\text{C}$ 。再将 $18 \text{ mm} \times 110 \text{ mm}$ 的硬质玻璃试管装入试管架中作外套管浸入油中 5 cm ，消化管插入外套管中消化。

9.3 氯酸配制质量影响测定结果。氯酸钾应缓慢加热沸腾至溶解，加高氯酸需按 5.1 步骤要求缓慢进行，氯酸溶液在过滤前应在冰箱(4°C)内过夜，否则影响测定结果。

9.4 因消化过程无特异终点指示，以及消化温度、时间有可能变异，所以每批样品消化需设置空白和标准系列。消化后，有的消化管呈现黄色，主要是氯酸的分解产物所致，室温放置褪色后不影响测定结果。

9.5 实验环境、器皿及试剂应避免碘污染。

9.6 本方法也可在控制砷铈反应温度为 25°C ，反应时间为 25 min 的条件下进行。

9.7 因消化过程中产生的氯酸分解气体有刺激腐蚀性，所以本方法的消化操作必须使用通风橱。

9.8 在 1 L 尿样中，尿素 25 g ，肌酐 1.5 g ，氯化钠 20 g ，磷酸氢二铵 4.2 g ，硝酸钾 1 g ， Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 各 500 mg ， SCN^- 100 mg ， F^- 10 mg ， Fe^{2+} 5 mg ， Mn^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Cr^{6+} 、 Co^{2+} 各 1 mg ， Hg^{2+} 0.1 mg ，均不干扰测定。