

# 中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 107.2—2016

---

## 尿中碘的测定 第2部分：电感耦合等离子体质谱法

Determination of iodine in urine—  
Part 2: inductively coupled plasma mass spectrometry method

2016-04-28 发布

2016-10-31 实施

---

# 前 言

WS/T 107《尿中碘的测定》拟分部分发布,分为以下两个部分:

- 第 1 部分:砷铈催化分光光度法;
- 第 2 部分:电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 WS/T 107 的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分起草单位:北京市疾病预防控制中心、福建省疾病预防控制中心、山东省疾病预防控制中心、深圳市疾病预防控制中心、北京大学医学部、北京市石景山区疾病预防控制中心。

本部分主要起草人:刘丽萍、王小艳、吴可欣、陆秋艳、焦燕妮、袁媛、张慧敏、闫赖赖、薛立杰。

# 尿中碘的测定

## 第 2 部分：电感耦合等离子体质谱法

### 1 范围

WS/T 107 的本部分规定了尿中碘的电感耦合等离子体质谱法测定方法。  
本部分适用于尿中总碘浓度的测定。

### 2 原理

样品溶液经四甲基氢氧化铵处理后,通过雾化由载气(氩气)送入电感耦合等离子体炬焰中,经过蒸发、解离、原子化、电离等过程,大部分转化为带正电荷的正离子,经离子采集系统进入质谱仪,质谱仪根据其质荷比进行分离并由检测器进行检测,离子计数率与样品中待测物的含量成正比,通过标准加入法消除基体效应,实现样品中碘含量的定量分析。

### 3 仪器

- 3.1 电感耦合等离子体质谱仪。
- 3.2 电子天平(感量 0.1 mg)。

### 4 试剂

- 4.1 纯水( $H_2O$ ,  $M_r=18.0$ ),电阻率大于  $18.0 M\Omega \cdot cm$  或去离子水(符合 GB/T 6682 一级水规定)。
- 4.2 四甲基氢氧化铵 $[(CH_3)_4NOH]$ ,25% 质量分数,电子级。
- 4.3 曲拉通 X-100( $C_{34}H_62O_{11}$ ,  $M_r=647.0$ ),试剂级。
- 4.4 碘酸钾( $KIO_3$ ,  $M_r=214.0$ ),基准试剂或标准试剂。

### 5 溶液配制

#### 5.1 四甲基氢氧化铵溶液(0.25%质量分数)

取 1 mL 四甲基氢氧化铵(4.2)用纯水(4.1)稀释至 100 mL。

#### 5.2 曲拉通 X-100(1%质量分数)

取 1 mL 曲拉通 X-100(4.3)溶液用纯水(4.1)稀释至 100 mL。

#### 5.3 稀释剂(0.25%四甲基氢氧化铵和 0.02%曲拉通 X-100 混合溶液)

临用时取 10 mL 四甲基氢氧化铵(4.2)和 20 mL 曲拉通 X-100(5.2),用纯水(4.1)稀释至 1 000 mL。

## 5.4 碘标准溶液

5.4.1 碘标准储备溶液 $[\rho(\text{I})=1\ 000.0\ \text{mg/L}]$ :准确称取 0.168 6 g 经 105 °C~110 °C 烘干至恒重的碘酸钾,加纯水溶解,并用纯水定容至 100 mL 棕色容量瓶中。此溶液于冰箱(4 °C)放置可保存 8 个月。

5.4.2 碘标准中间溶液 $[\rho(\text{I})=10.0\ \text{mg/L}]$ :准确移取 1.00 mL 碘标准储备溶液(5.4.1)置于 100 mL 容量瓶中,用 0.25% 四甲基氢氧化铵溶液(5.1)定容至刻度。此溶液于冰箱(4 °C)放置可保存 6 个月。

5.4.3 碘标准溶液 $[\rho(\text{I})=1.0\ \text{mg/L}]$ :准确移取 10.00 mL 碘标准中间溶液(5.4.2)置于 100 mL 容量瓶中,用 0.25% 四甲基氢氧化铵溶液(5.1)定容至刻度。此溶液于冰箱(4 °C)放置可保存 3 个月。

## 5.5 碘标准使用系列溶液 $[\rho(\text{I})=0\ \mu\text{g/L}\sim 600.0\ \mu\text{g/L}]$

准确移取 0.00 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 碘标准溶液(5.4.3)和 1.50 mL、3.00 mL、6.00 mL 碘标准中间溶液(5.4.2)分别置于 100 mL 容量瓶中,用 0.25% 四甲基氢氧化铵(5.1)定容至刻度,此标准系列浓度为 0.0  $\mu\text{g/L}$ 、10.0  $\mu\text{g/L}$ 、50.0  $\mu\text{g/L}$ 、100.0  $\mu\text{g/L}$ 、150.0  $\mu\text{g/L}$ 、300.0  $\mu\text{g/L}$ 、600.0  $\mu\text{g/L}$ 。

## 5.6 本底尿液

碘含量低于 70  $\mu\text{g/L}$  的澄清尿样。

## 5.7 仪器调谐使用液

依据仪器操作说明要求,取适量仪器调谐液。推荐使用浓度均为 10  $\mu\text{g/L}$  的混合调谐溶液锂(Li)、钇(Y)、铈(Ce)、铊(Tl)、钴(Co)。

## 5.8 内标溶液

碲单元素溶液标准物质浓度为 100  $\mu\text{g/mL}$ ,使用前依据仪器灵敏度用四甲基氢氧化铵溶液(5.1)稀释为相应浓度。

注:若样品进样量与内标进样量为 20:1 时,内标碲元素浓度建议配制为 3.0  $\text{mg/L}$ ;若样品进样量与内标进样量为 1:1 时,内标碲元素浓度建议配制为 200  $\mu\text{g/L}$ 。

## 6 尿样的收集、运输和保存

收集不少于 5 mL 尿液,置于聚乙烯塑料或玻璃试管中,严密封口以防蒸发。尿样在现场收集和运输过程中无需考虑特殊保存条件,在室温下可保存 2 周;样品在 4 °C 下可保存 2 个月;采用聚乙烯塑料保存样品,密封后在 -20 °C 下可保存 4 个月。

## 7 分析步骤

7.1 仪器主要参考条件:射频(RF)功率为 1 320 W;载气流速为 1.10 L/min;采样深度为 7 mm;雾化室温度为 2 °C;采样锥、截取锥类型为镍锥;雾化器为高盐或同心雾化器。

7.2 分别取 1.0 mL 尿样(取样前需混匀尿液,使所有沉淀物混悬),加入 1.0 mL 纯水(4.1)及 8.0 mL 稀释剂(5.3),混匀。

7.3 分别取 1.0 mL 碘标准使用系列溶液(5.5)及碘标准溶液(5.4.3),加入 1.0 mL 本底尿液(5.6)及 8.0 mL 稀释剂(5.3),混匀,此标准工作系列溶液的碘浓度分别为 0.0  $\mu\text{g/L}$ 、1.0  $\mu\text{g/L}$ 、5.0  $\mu\text{g/L}$ 、10.0  $\mu\text{g/L}$ 、15.0  $\mu\text{g/L}$ 、30.0  $\mu\text{g/L}$ 、60.0  $\mu\text{g/L}$ 、100.0  $\mu\text{g/L}$ 。

7.4 开机,当仪器真空度达到要求时,用调谐液(5.7)调整仪器各项指标,使仪器灵敏度、氧化物、双电

荷、分辨率等各项指标达到测定要求后,编辑测定方法,选择测定元素碘( $^{127}\text{I}$ )及所选用的内标元素,引入内标溶液(5.8),依次将试剂空白、标准系列、样品溶液引入仪器进行测定。

注:若样品中碘含量超出测定范围,将样品用纯水按适当比例稀释后按方法测定。

## 8 分析结果计算

8.1 回归方程法:根据测定结果绘制标准加入法校准曲线,利用仪器自带软件将标准加入法曲线转换为外标法标准曲线,计算回归方程  $y = aX + b$ 。根据回归方程计算出所测样品中碘含量的质量浓度( $\mu\text{g/L}$ )。

8.2 尿中碘质量浓度的计算见式(1):

$$\rho(\text{I}) = c \cdot K \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$\rho(\text{I})$ ——尿中碘(I)的质量浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$c$  ——由标准曲线回归方程计算得的或由标准曲线查得的所测样品中碘的质量浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$K$  ——尿样稀释倍数。

## 9 方法特性

### 9.1 检出限和测定范围

本方法检出限为  $0.4 \mu\text{g/L}$ ,可以直接测定碘含量为  $0 \mu\text{g/L} \sim 1\,000 \mu\text{g/L}$  的尿样。

### 9.2 精密度

在相同条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的  $10\%$ 。

### 9.3 准确度

方法加标回收率在  $80\% \sim 120\%$  之间。多次重复测定相对标准偏差(RSD)在  $5.0\%$  以内。

## 10 质量保证和控制要点

10.1 采样过程、样品运输环节、实验环境、器皿及试剂应避免碘污染。

10.2 每次样品测定时均应配制和测定标准系列,标准曲线回归方程的相关系数绝对值应  $\geq 0.999$ 。

10.3 宜采用平行样品、经国家批准并授予标准物质证书的尿碘标准物质及加标回收作为质量控制手段。