

ICS 11.020
C61
备案号:17600—2006

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 107—2006

代替 WS/T 107—1999

尿中碘的砷铈催化分光光度测定方法

Method for determination of iodine in urine by As^{3+} - Ce^{4+}
catalytic spectrophotometry

2006-04-07 发布

2006-12-01 实施



中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准代替 WS/T 107—1999《尿碘的砷铈催化分光光度测定方法》，本标准自实施之日起，WS/T 107—1999 废止。

本标准与 WS/T 107—1999 相比主要变化如下：

- 采用过硫酸铵取代氯酸消化尿样。
- 适于在 20℃～35℃之间某一稳定的室温或者控温条件下进行测定。
- 明确了尿样保存条件和样品碘含量的计算方法。

本标准由卫生部全国地方病寄生虫病标准委员会提出。

本标准由中华人民共和国卫生部批准。

本标准起草单位：天津医科大学内分泌研究所、福建省厦门市疾病预防控制中心、国家碘缺乏病参照实验室、安徽省疾病预防控制中心、陕西省地方病防治研究所。

本标准主要起草人：阎玉芹、张亚平、刘列钧、刘嘉玉、李卫东、华基礼、陈祖培。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：WS/T 107—1999。

尿中碘的砷铈催化分光光度测定方法

1 范围

本标准规定了尿中碘含量的测定方法。

本标准适用于尿中碘浓度的测定。

本方法检出限为 $3\mu\text{g/L}$ 。

2 引用标准

下列文件中的条款,通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

采用过硫酸铵溶液在 100°C 条件下消化尿样,利用碘对砷铈氧化还原反应的催化作用:



反应中黄色的 Ce^{4+} 被还原成无色的 Ce^{3+} , 碘含量越高, 反应速度越快, 所剩余的 Ce^{4+} 则越少; 控制反应温度和时间, 于 420nm 波长下测定体系中剩余 Ce^{4+} 的吸光度值, 求出碘含量。

4 仪器

4.1 消化控温加热装置: 恒温消解仪(孔间温差 $\leq 1^{\circ}\text{C}$)。

4.2 分光光度计: 1cm 比色杯。

4.3 超级恒温水浴: 控温精度 $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$ 。

4.4 玻璃试管: $15\text{mm} \times 120\text{mm}$ 或 $15\text{mm} \times 150\text{mm}$ 。

4.5 秒表。

5 试剂

本标准所用试剂除另有说明外,均为分析纯试剂,实验用水为去离子水(符合 GB/T 6682 二级水规格)。

5.1 过硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8, \text{M}=228.2]$ 。

5.2 浓硫酸 $(\text{H}_2\text{SO}_4, \rho_{20}=1.84\text{g/ml})$, 优级纯。

5.3 三氧化二砷 $(\text{As}_2\text{O}_3, \text{M}=197.8)$ 。

5.4 氯化钠 $(\text{NaCl}, \text{M}=58.4)$, 优级纯。

5.5 氢氧化钠 $(\text{NaOH}, \text{M}=40.0)$ 。

5.6 硫酸铈铵 $[\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}, \text{M}=632.6]$ 。

5.7 碘酸钾 $(\text{KIO}_3, \text{M}=214.0)$, 基准试剂。

6 溶液配制

6.1 过硫酸铵溶液 $\{c[(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8]=1.0\text{mol/L}\}$: 称取 114.1g 过硫酸铵, 溶于 500ml 去离子水中, 储于棕色瓶, 置冰箱(4°C)可保存 1 个月。

6.2 硫酸溶液 $[c(\text{H}_2\text{SO}_4)=2.5\text{mol/L}]$:取 140ml 浓硫酸缓慢加入到 700ml 去离子水中,边加边搅拌,冷却后用水稀释至 1L。

6.3 亚砷酸溶液 $[c(\text{H}_3\text{AsO}_3)=0.1\text{mol/L}]$:称取 10.0g 三氧化二砷、25g 氯化钠和 2g 氢氧化钠置于 1L 的烧杯中,加水约 500ml,加热至完全溶解后冷至室温,再缓慢加入 200ml 硫酸溶液(6.2),冷至室温后用水稀释至 1L,储于棕色瓶,室温放置可保存 6 个月。

6.4 硫酸铈铵溶液 $[c(\text{Ce}^{4+})=0.076\text{mol/L}]$:称取 48.0g 硫酸铈铵(5.6)或 50.8g 四水合硫酸铈铵 $[\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 700ml 硫酸溶液(6.2)中,用水稀释至 1L,储于棕色瓶,室温放置可保存 6 个月。

6.5 碘标准溶液

6.5.1 碘标准储备溶液 准确称取经 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 烘干至恒重的碘酸钾 0.1686g 于烧杯中,用水溶解后定量转移入 1000ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,此溶液 1ml 含碘 $100\mu\text{g}$ 。储于具塞严密的棕色瓶,置冰箱(4°C)可保存 6 个月。

6.5.2 碘标准中间溶液 吸取 10.00ml 碘标准储备溶液(6.5.1)置于 100ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,此溶液 1ml 含碘 $10\mu\text{g}$ 。储于具塞严密的棕色瓶,置冰箱(4°C)内可保存 1 个月。

6.5.3 碘标准使用系列溶液 临用时吸取碘标准中间溶液(6.5.2)0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, 3.00ml 分别置于 100ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,此标准系列溶液的碘浓度分别为 0, 50, 100, 150, 200, 250, $300\mu\text{g/L}$ 。

7 样品收集、运输和保存

收集不少于 5ml 尿液,置于聚乙烯塑料管或玻璃试管中,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,用聚乙烯塑料管保存样品密封后在 -20°C 可保存 4 个月。

8 分析步骤

8.1 分别取 0.25ml 碘标准使用系列溶液(6.5.3)及尿样(取样前需摇匀尿液,使所有沉淀物混悬;如果尿样的碘浓度超过标准曲线的碘浓度范围,则作适当稀释后取样)各置于玻璃试管(4.4)中,各管加入 1ml 过硫酸铵溶液(6.1),混匀后置于控温 100°C 的消化控温加热装置中,消化 60min,取下冷却至室温。以下分析步骤 8.2~8.4 可在 $20^\circ\text{C} \sim 35^\circ\text{C}$ 之间一个稳定的温度环境下(室温或控温)进行,要求温度波动不超过 0.3°C 。

8.2 各管加入 2.5ml 亚砷酸溶液(6.3),充分混匀后放置 15min,使其温度达到平衡;注意将标准系列管按碘浓度由高至低顺序排列。

8.3 秒表计时,依顺序每管间隔相同时间(30s)向各管准确加入 0.30ml 硫酸铈铵溶液(6.4),立即混匀。

8.4 待第一管(即标准系列中加 $300\mu\text{g/L}$ 碘浓度管)的吸光度值达到 0.15~0.20 之间时,依顺序每管间隔同样时间(30s)于 420nm 波长下,用 1cm 比色杯,以水作参比,测定各管的吸光度值。

8.5 标准曲线绘制:以碘标准使用系列溶液(6.5.3)的碘浓度为横坐标和吸光度值为对数纵坐标,在半对数坐标系中绘制标准曲线。

9 结果计算

9.1 标准曲线法 以样品管的吸光度值在标准曲线上查得所测样品中碘浓度 C ,再按(9.3)计算尿中碘浓度。

9.2 回归方程法 标准曲线的碘浓度 $C(\mu\text{g/L})$ 与吸光度值 A 的回归方程为 $C=a+b\ln A$ (或 $\lg A$),计算标准曲线的回归方程,将样品管的吸光度值代入此方程,求出所测样品中碘浓度,再按(9.3)计算尿中

碘浓度。

9.3 尿中碘浓度

$$X=C \cdot K$$

式中:

X ——尿中碘浓度, $\mu\text{g/L}$;

C ——由标准曲线查得的或由标准曲线回归方程计算得的所测样品中碘浓度, $\mu\text{g/L}$;

K ——尿样稀释倍数。

10 说明

10.1 本法的检出限为 $3\mu\text{g/L}$ (取尿样 0.25ml); 标准曲线的碘浓度范围为 $0\sim 300\mu\text{g/L}$; 重复测定的相对标准差为 $2.8\%\sim 5.5\%$; 回收率为 $92.6\%\sim 107.0\%$ 。

10.2 每批样品消化、测定必须同时设置标准系列; 宜使用数字直读型的分光光度计, 以利于准确读取吸光度值; 实验环境、器皿及试剂应避免碘污染。

10.3 在分析步骤 8.2~8.4 中, 如果室温不稳定或室温较低时, 应采用控温条件 (使用超级恒温水浴) 进行测定。

10.4 为方便操作, 提供了在不同温度下分析步骤 8.3~8.4 中所测第一管 (即标准系列中加 $300\mu\text{g/L}$ 碘浓度管) 吸光度值达到 $0.15\sim 0.20$ 时砷铈反应所需时间的参考值 (表 1)。

表 1 不同温度对应的反应时间

温度($^{\circ}\text{C}$)	反应时间(min)	温度($^{\circ}\text{C}$)	反应时间(min)
20	53	28	34
21	50	29	32
22	47	30	30
23	45	31	29
24	42	32	27
25	40	33	26
26	38	34	24
27	36	35	23

10.5 在本法条件下, 20g/L NaCl , 3.7g/L HPO_4^{2-} , 1.3g/L NH_4^+ , 1g/L KNO_3 , 500mg/L Ca^{2+} , Mg^{2+} , 100mg/L SCN^- , 10mg/L F^- , 5mg/L Fe^{2+} , 1mg/L Mn^{2+} , Cu^{2+} , Cr^{6+} , Co^{2+} , 0.1mg/L Hg^{2+} , 25g/L 尿素, 1.5g/L 肌酐, 5g/L 甘氨酸, 不干扰测定。

中 华 人 民 共 和 国
卫 生 行 业 标 准
尿中碘的砷锑催化分光光度测定方法
WS/T 107—2006

*

出版发行：人民卫生出版社（中继线 010-67615688）
地 址：北京市丰台区方庄芳群园 3 区 3 号楼
邮 编：100078
网 址：[http://www. pmph. com](http://www.pmph.com)
E - mail: pmph @ pmph. com
购书热线：010-67605754 010-65254830
印 刷：北京新丰印刷厂
经 销：新华书店
开 本：880×1230 1/16 印张：0.5
字 数：12 千字
版 次：2006 年 11 月第 1 版 2006 年 11 月第 1 版第 1 次印刷
书 号：14117·62
定 价：7.00 元

版权所有，侵权必究，打击盗版举报电话：010-87613394

（凡属印装质量问题请与本社销售部联系退换）



WS/T 107-2006