

中华人民共和国卫生行业标准

尿中硫氰酸盐的吡啶- 巴比妥酸分光光度测定方法

WS/T 39—1996

Urine—Determination of thiocyanate—Pyridine-
barbituric acid spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了尿中硫氰酸盐的分光光度测定方法。

本法最低检测浓度为 1 mg/L。

本标准适用于正常人和接触无机氰化物和有机氰化物的工人尿中硫氰酸盐的测定。

2 原理

在微酸性条件下,尿中硫氰酸盐和氯胺 T 反应生成氯化氰。它使吡啶环裂开,产生戊烯二醛。戊烯二醛与巴比妥酸作用,生成紫红色染料,其色度与硫氰酸盐含量成正比,在波长 580 nm 处比色定量。

3 仪器

- 3.1 分光光度计,10 mm 比色杯。
- 3.2 吸量管,0.5,2.0,5.0,10.0 mL。
- 3.3 容量瓶,100 mL。
- 3.4 硬质玻璃瓶或聚乙烯塑料瓶,50 mL 或 100 mL。
- 3.5 尿比重计。

4 试剂

本标准所用试剂除另有说明者外,均为分析纯试剂。

- 4.1 实验用水,蒸馏水或具有同等纯度的去离子水。
- 4.2 盐酸溶液,1+3。
- 4.3 硫氰酸钾,优级纯。
- 4.4 磷酸盐缓冲液(pH=7):溶解 2.79 g 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)和 4.14 g 磷酸氢二钠(Na_2HPO_4)于少量水中,并稀释至 1 L。
- 4.5 氯胺 T 溶液,10 g/L。
- 4.6 吡啶-巴比妥酸溶液:溶解 0.18 g 巴比妥酸于 3 mL 吡啶及 10 mL 盐酸溶液(4.2)中,用水稀释至 100 mL(临用前配制)。
- 4.7 硫氰酸盐标准溶液:溶解 0.1673 g 已烘干的硫氰酸钾(KSCN)于少量水中,用水稀释至 100 mL,此溶液 1 mL=1 mg SCN^- ,存放普通冰箱中,可使用 1 个月。将此溶液用水分别稀释为(A)1 mL=2 μg SCN^- 和(B)1 mL=10 μg SCN^- 的标准应用液(当日配制)。
- 4.8 质控样:用加标的模拟尿、接触者混合尿或加标的正常人混合尿作质控样。

5 采样、运输和保存

用玻璃瓶或聚乙烯瓶取班后尿,于4 h内分析。

6 分析步骤

6.1 样品处理

样品不需处理,直接按6.3条进行测定。

6.2 标准曲线的绘制。

6.2.1 取7只10 mL比色管,按下表配制标准管。

硫氰酸盐标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5	6
标准应用液 A, mL	0	0	0.10	0.25	0	0	0
标准应用液 B, mL	0	0	0	0	0.10	0.15	0.20
非接触者尿 ¹⁾ , mL	0	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
SCN ⁻ 含量, μg	0	0	0.2	0.5	1.0	1.5	2.0

1) 选取 SCN⁻ 浓度低的尿。

6.2.2 分别加入2 mL缓冲液(4.4),混匀,加入0.2 mL氯胺 T 溶液,立即盖塞,混匀。放置5 min,加入2 mL吡啶-巴比妥酸溶液,混匀,于室温低于25℃时,置于25℃恒温箱中放置20 min,加水至5 mL,混匀。于波长580 nm处,用10 mm比色杯,以试剂空白(0号管)为参比,测量吸光度。

6.2.3 将2~6号管的吸光度减去1号管的吸光度,以SCN⁻含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

6.3 样品测定

6.3.1 吸取0.1 mL新鲜尿样于10 mL比色管中。

6.3.2 按6.2.2条操作,测量吸光度,从标准曲线上查出硫氰酸盐的含量。在测定前后及每测定10个样品后,测定一次质控样。

7 计算

7.1 按式(1)计算尿样换算成标准比重(1.020)下的浓度校正系数 k 。

$$k = \frac{1.020 - 1.000}{\text{实测比重} - 1.000} \quad \dots\dots\dots(1)$$

7.2 按式(2)计算尿中硫氰酸盐的浓度。

$$X = \frac{m}{V} \times k \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: X ——尿中硫氰酸盐的浓度, mg/L;

m ——由标准曲线上查得的硫氰酸盐含量, μg;

V ——分析时所取尿样体积, mL。

8 说明

8.1 本法检测限为1 mg/L(空白值的3倍标准差),测定范围0.1~2.0 μg,精密度: $CV = 3.25\% \sim 6.73\%$ (SCN⁻含量为0.2, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 μg, $n = 6$);准确度:接触氰化物工人尿样加标回收率为97.1%~99.8%(加标量为0.2, 0.5, 1.0 μg, $n = 6$)。

8.2 本法测定的尿样必须是新鲜的,放4℃冰箱第二天后测定结果偏低。故取班后一次尿样,4 h内进

行测定,夏季运输时最好冷藏。

8.3 显色温度应保持在 25℃ 以上。吡啶-巴比妥酸溶液应于临用前配制,放置时间过长会影响吸光度。

8.4 氰化物进入人体后,大部分与体内的硫结合为 SCN^- ,从尿中排出,一小部分仍以 CN^- 的形式排出。 CN^- 也同样显色,故测出的结果是 CN^- 和 SCN^- 的总量。

8.5 质控样选加标的模拟尿时可考查准确度和精密度。选用接触者尿或加标正常尿时可考查精密度。但人尿不易久存。模拟尿只含人尿中的大量成分。

附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由广东省职业病防治院负责起草。

本标准主要起草人周素华、吴翠榕。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。