

尿中硫氰酸盐的吡啶-巴比妥酸分光光度法

WS / T 39-1996

1 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580nm波长处比色定量。

2 仪器

2.1 具盖聚乙烯塑料瓶,500ml。

2.2 尿比重计。

2.3 具塞比色管,10ml。

2.4 分光光度计。

3 试剂 实验用水为蒸馏水。

3.1 盐酸溶液,1+3。

3.2 磷酸盐缓冲液(pH=7):溶解2.79g磷酸二氢钾和4.14g磷酸氢二钠于少量水中,并稀释至1L。

3.3 氯胺T溶液,10g/L。

3.4 吡啶-巴比妥酸溶液:溶解0.18g巴比妥酸于3ml吡啶及10ml盐酸溶液中,用水稀释至100ml(临用前配制)。

3.5 硫氰酸盐标准溶液:准确称取0.1673g已烘干的硫氰酸钾(KSCN),溶于少量水中,定量转移入100ml容量瓶中,并稀释至刻度。此溶液为1.0mg/ml硫氰酸盐标准贮备液。存放普通冰箱中,可使用1个月。临用前,用水分别稀释为10.0 μg/ml标准溶液(A)和2.0 μg/ml标准溶液(B)。

4 样品的采集、运输和保存 用具盖聚乙烯塑料瓶采集班后尿,摇匀,尽快测量比重。于4h内测定完毕。

5 分析步骤

5.1 样品处理:吸取0.1ml新鲜尿样于具塞比色管中,供测定。

5.2 标准曲线的绘制:取7个具塞比色管,分别加入0、0、0.10、0.25ml标准溶液(B)和0.10、0.15、0.20ml标准溶液(A),第1管除外,各管加0.10ml正常人混合尿,配制成0、0、0.2、0.5、1.0、1.5、2.0 μg硫氰酸盐标准系列。各管加入2ml磷酸盐缓冲液,混匀,加入0.2ml氯胺T溶液,立即盖塞,混匀。放置5min,加入2ml吡啶-巴比妥酸溶液,混匀,于室温(室温低于25℃时,置于25℃恒温箱中)放置20min,加水至5ml,混匀。于580nm波长处,用10mm比色杯,以第1管为参比,测量吸光度。以硫氰酸盐的含量(μg)对相应吸光度绘制标准曲线。

5.3 样品测定:用测定标准系列的操作条件,测定样品溶液。由标准曲线得硫氰酸盐的含量(μg)。

6 计算 按下式计算尿中硫氰酸盐的浓度:

$$C = \frac{m}{V} \times k$$

式中:C——尿中硫氰酸盐的浓度,mg/L;m——由标准曲线得硫氰酸盐的含量,μg;V——分析时所用的尿样体积,ml;k——尿样换算成标准比重下浓度的校正系数。

7 说明

7.1 本法的最低检测浓度为 1mg/L (按取 0.1ml 尿样计); 测定范围为 $0.1\sim 2.0\mu\text{g}$; 相对标准偏差为 $3.25\%\sim 6.73\%$ (硫氰酸盐的含量为 $0.2\sim 2.0\mu\text{g}$, $n=6$); 尿样加标回收率为 $97.1\%\sim 99.8\%$ (加标量为 0.2 、 0.5 、 $1.0\mu\text{g}$, $n=6$)。

7.2 显色温度应保持在 25°C 以上。吡啶一巴比妥酸溶液应于临用前配制, 放置时间长会影响吸光度。氰化物进入人体后, 大部分与体内的硫结合为硫氰酸盐, 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。

7.3 本法由广东省职业病防治院周素华等同志研制。